20297

IGM82-105-024
CNRC 20297

DURABILITÉ DES AGRÉGATS:

ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE ET APPROCHE THÉORIQUE

Michel Aubertin, ingénieur

Juillet 1981

TABLE DES MATIERES

I	INTRODUCTION	1
II	L'ESSAI AU SULFATE	6
	A - Origine	
	B - Evolution	7
	C - Représentativité de l'essai	18
	D - Facteurs d'influences et mécanismes de détérioration	27
III	LES EFFETS DU GEL	39
	A - Concepts de base	39
	B - Phénomènes à l'échelle microscopique	44
	C - Le gel dans le béton	60
IV	SIGNIFICATION DE L'ESSAI AU SULFATE	66
	A - Les effets mesurés	66
	B - Similitude avec les effets du gel	68
V	LES SELS DE DEVERGLACAGE	72
	A - Effets sur les agrégats	72
	B - Effets dans le béton	74

I- INTRODUCTION

La durabilité est généralement perçue comme étant la qualité associée avec une longue durée de vie, durant laquelle le matériau réussit à maintenir sa valeur de service tout en fournissant une performance sécuritaire. On entend ainsi que les matériaux employés doivent se comporter d'une façon satisfaisante, sous des conditions spécifiques d'utilisation et d'exposition, au moindre coût de mise en service et d'entretien. Dans cette optique, la durabilité est devenue un critère primordial dans le choix des matériaux de construction, afin de s'assurer de l'économie des ressources naturelles, et de leur utilisation optimale.

Conséquemment, il s'est créé un besoin de développer des méthodes de design axées sur la durabilité des matériaux. Ces méthodes nécessitent une approche systématique afin de minimiser la complexité du problème de la durabilité. A cette fin, l'A.S.T.M. a établi, en 1974, un comité chargé de l'étude des problèmes relatifs à la durabilité des matériaux de construction[57-a] (sous-comité E6-22); des recherches parallèles sont également menées par nombre d'organismes, selon leurs besoins spécifiques. Le bienfondé des nombreuses démarches en ce sens est indéniable, considérant l'importance du nombre de cas de mise hors de service par manque de durabilité du matériau qui, soulignons-le, dépasse largement ceux ayant comme origine des défaillances structurales.

L'établissement de critères de sélection pour les matériaux de construction requiert l'étude théorique et expérimentale des modes et mécanismes qui occasionnent leur détérioration. Cette approche systématique, visant à une meilleure compréhension des phénomènes impliqués, s'avère essentielle afin d'élaborer des techniques rationnelles de prédiction des performances en service. Ces principes d'action achoppent cependant au niveau de l'utilisation des méthodes accélérées de prédiction du rendement des matériaux. Il s'avère en effet que pour les essais accélérés, généralement effectués sous des conditions contrôlées en laboratoire, il n'existe que peu de corrélation entre les résultats obtenus et les performances véritables des matériaux en service.[57-c] La difficulté première semble se situer au niveau de la reproduction des mécanismes réels de dégradation, dans les essais de laboratoire. Et malgré de nombreux efforts visant à reproduire expérimentalement les divers facteurs de dégradation rencontrés dans des conditions d'exposition naturelle, peu d'essais de routine ont atteint le niveau de fiabilité satisfaisant pour ce genre d'approche.

Il n'est donc pas surprenant que la littérature relative à la recherche portant sur la durabilité des matériaux soit si abondante et si variée. Pour l'exercice qui nous intéresse, nous associerons, d'une façon restrictive, l'usage du mot durabilité à la capacité des matériaux de résister aux effets destructifs de l'eau occluse, soient

les effets d'expansion lors de sa solidification et les effets de fatigue provoqués par les cycles successifs de gel et de dégel. A moins de spécifications contraires, le terme durabilité ne sera pas tributaire des altérations chimiques et physiques d'un autre ordre que ceux mentionnés précédemment. D'autres effets, intimement reliés aux effets du gel, devront cependant être considérés comme inhérents à ceux-ci; parmi eux, mentionnons les effets de variation de température ainsi que les cycles de mouillage-séchage alternatifs.

Il est normal, dans nos climats rigoureux, d'accorder une importance primordiale aux effets destructifs du gel. Cette action répétée, combinée à la présence de l'eau, constitue la plus importante cause de dommage aux ouvrages de génie civil, exposés à de telles conditions. Pour notre part, nous étudierons d'une façon générale, la gélivité des matériaux poreux, et plus spécifiquement la durabilité des agrégats. La littérature regorge d'informations relatives aux mécanismes destructifs sur les agrégats par les effets de gel-dégel répétés, fournissant diverses explications qui semblent se raffiner avec l'apport de technologies nouvelles. Nous tenterons de bien comprendre l'évolution de cette compréhension, qui nous guidera quant à la justification de l'utilisation de l'essai au sulfate, but premier de notre recherche, communément utilisé depuis plus de 50 ans pour similer en laboratoire les effets destructifs

du gel. Nous nous attarderons évidemment, aux bases de cet essai, ainsi qu'à ses effets propres sur les agrégats qui y sont soumis. Nous jetterons également un oeil aux divers essais susceptibles de fournir des informations pertinentes en regard de la gélivité du granulat, pour diverses conditions d'utilisation.

Le rappel de quelques observations pertinentes, telles que formulées par Litvan[57-E] relativement à la durabilité des agrégats, peut s'avérer utile avant d'attaquer de plein front ce sujet. Notons que:

- La sévérité des dommages mécaniques est fonction de la teneur en eau des granulats, lors de leur exposition aux effets du gel;

- La susceptibilité du granulat est affectée par sa taille.

- Les dommages ont tendance à être plus importants si le taux de refroidissement est élevé.

- On peut retrouver des agrégats durables ayant une très forte ou une très faible porosité.

- Si un sel est dissout dans la solution occluse dans les agrégats, les dommages s'avèrent généralement plus importants.

On peut donc, à la lueur de ces premières informations, constater que la durabilité est une fonction de facteurs divers, qui s'intersectent pour déterminer la sévérité et l'amplitude exacte des dommages. Certains effets, comme nous le verrons, peuvent être étroitement reliés, alors que d'autres sont totalement indépendants. De ces méandres, découle la complexité véritable du problème de la durabilité des agrégats.

II- L'ESSAI AU SULFATE

A- Origine:

C'est en 1828, qu'un ingénieur français du nom de Brard a introduit pour la première fois, dans "Annales de Chimie et de Physique", l'utilisation d'une solution au sulfate pour juger de la gélivité des matériaux rocheux. Celui-ci avait en effet établit un parallèle entre l'expansion prise par l'eau lors de sa solidification, et la croissance cristalline du sulfate de sodium. Cet essai, modifié par D'Héricart et de Thury [7], consistait à faire bouillir les spécimens de roc dans la solution saturée de Na_2SO_4 pendant 30 minutes - le temps nécessaire, estimait-on, pour atteindre la saturation avant de les plonger pendant plusieurs heures dans une solution refroidie de sulfate de sodium. On suspendait ensuite les échantillons à l'air libre, pendant 12 heures, afin de permettre la cristallisation du sel à l'intérieur du matériau.

Mais même si l'analogie, croissance cristalline-solidification, semblait valable [19], plusieurs éléments firent germer, dans l'esprit de ces innovateurs ingénieux, un doute quant à la fiabilité de cet essai. Par exemple, on avait noté la trop grande sévérité de l'essai, qu'on a alors attribué à l'utilisation de la solution chaude. Des modifications subséquentes font plutôt état de l'utilisation d'une solution à

température ambiante, ainsi qu'à un séchage à 100°C[1]. afin d'activer les opérations. Il faut bien comprendre que l'absence d'appareils de refroidissement obligeait, à cette époque, l'utilisation de tels procédés substituts.

Mais malgré un besoin réel, on n'accordait, à la fin du siècle passé, que peu de crédibilité à cet essai comme critère de sélection. On avait plutôt tendance à l'utiliser comme un guide fournissant des indications générales sur la durabilité des agrégats.

B- Evolution:

Suite à l'élaboration européenne de cet essai, une utilisation massive se dessinait de ce côté-ci de l'Atlantique. Woolf (1927) fait état de l'utilisation d'un essai au sulfate de sodium sur des blocs de roc immergés pendant 20 heures dans la solution à température ambiante, puis séchés au four pendant 4 heures. Une évaluation visuelle des dommages subis par le roc après 5 cycles d'un tel traitement permettait de classifier le matériau comme étant sain ou non (sound-unsound).

Au cours des trois décennies subséquentes au comité d'étude du U.S. Department of Agriculture (1928), un grand nombre de recherches ont été effectuées afin

d'améliorer et de raffiner l'essai, suite aux nombreuses difficultés soulevées par l'interprétation des résultats de celui-ci. Jackson (1930) a d'abord suggéré une procédure standard, dans laquelle il insistait pour un contrôle plus strict de la température. Il y suggère l'utilisation d'une solution saturée au Na_2SO_4 à 32°C, et abaissée à environ 28°C pour l'immersion des pièces. L'acceptation ou le rejet des pièces se faisait alors sur la base d'une perte en poids de 20%. La même année, Gonnerman et Ward[2] suggèrent l'utilisation d'un tamisage pour déterminer les pertes de l'agrégat fin ayant à subir un tel essai.

L'apparition du sulfate de magnésium comme alternative à la solution de sulfate de sodium a semblé faire surface en 1931, soit l'année même de l'acceptation par l'American Society for Testing Materials d'une méthode tentative pour l'essai au sulfate. Les bases sur lesquelles Ira[3] fondent une telle substitution sont aujourd'hui bien connues. Il s'avère en fait que le $MgSO_4$ a des propriétés qui s'adaptent plus adéquatement aux exigences d'un tel essai.

Parmi les propriétés qui favorisent celui-ci, notons sa solubilité moins sensible aux effets de température (Voir figure II-1) pour la marge d'utilisation

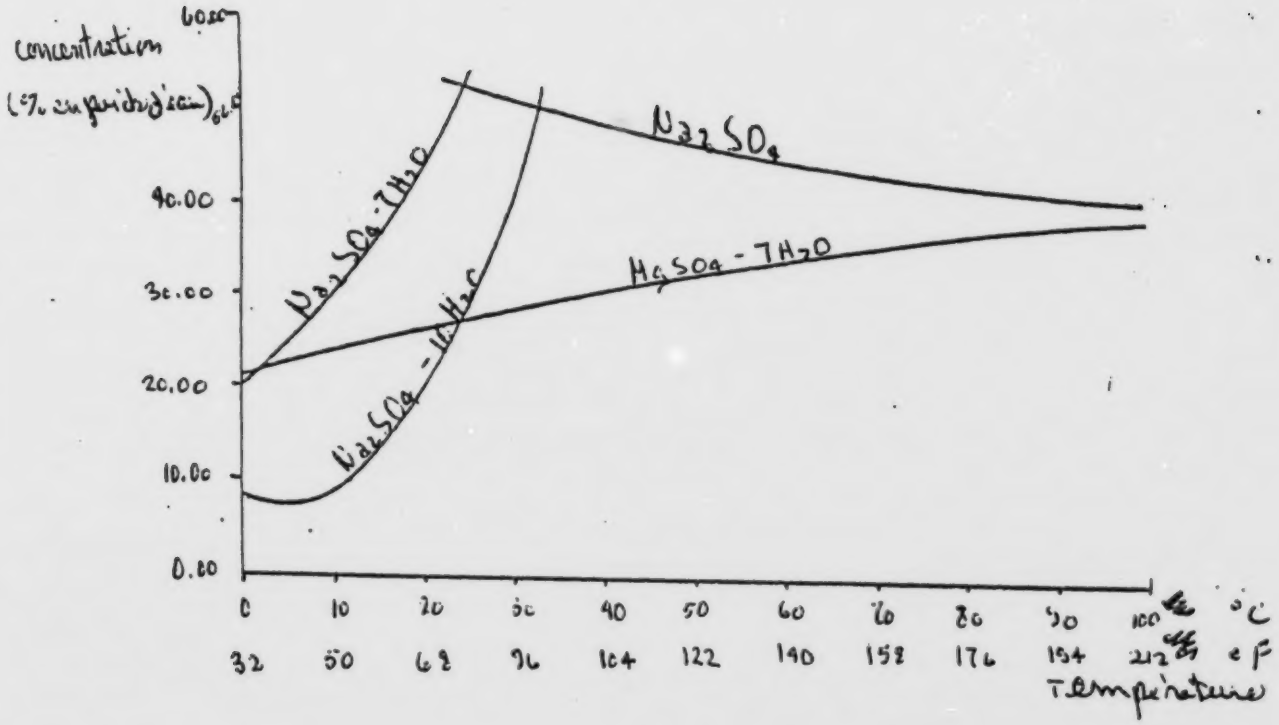


Figure II-1 : Solubilité des sels de sulfate de magnésium et de sodium

reliée à l'essai. On insiste également sur son unique forme cristalline hydratée de forme epsomite, soit $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, dans cette gamme de température, par rapport aux 3 types de cristaux potentiels du Na_2SO_4, (voir tableau II-1)[10,67]. De plus, des résultats expérimentaux ont eu tendance à démontrer la plus grande sévérité du sulfate de magnésium pour la majorité des cas[5,8, 11,19 et autres]. A la même époque, d'autres sels ont été essayés dans le même but; mais une trop grande activité chimique ou une trop faible activité physique ont ainsi fait rejeter le NaCL, le $CaCl_2$, et quelques autres[5]. Cette suggestion concernant le $MgSO_4$ a semblé porter ses fruits assez rapidement puisque l'A.S.T.M. l'a introduit comme alternative dans sa méthode tentative de 1935.

Les problèmes de l'essai n'étaient pas pour autant résolus; le Na_2SO_4 a d'ailleurs été employé régulièrement malgré les nombreuses restrictions dont il a fait l'objet, et ce jusqu'à tout récemment. Quelques auteurs ont par ailleurs cherchés à établir une relation entre les pertes au $MgSO_4$ et au Na_2SO_4 [5,8,19,34,46 et autres], mais les résultats sont insuffisement précis pour être probants.

Un des problèmes qui a maintes fois été soulevé est la difficulté d'atteindre et de maintenir la saturation totale de la solution. Garrity et Kriege[7], dans une importante étude, se sont intéressés à ce point plus en détail, après avoir noté que la sévérité de l'essai dépendait de la concentration de la solution. Ils se sont attardés à mesurer expérimentalement le taux de dissolution de ces deux types de sulfate, ainsi que l'évolution de la température durant la mise en solution. Leurs résultats sont sommairement reproduits à la figure II-2. A la lumière de ces conclusions, on note, pour le Na_2SO_4, la double courbe de dissolution des sels anhydres et hydratés, ainsi que le double effet de la température et du temps sur la tendance à la solubilité du sel anhydre. Dans le cas du M_gSO_4, bien qu'une baisse rapide de la température se produise lors de la mise en solution, les effets de celle-ci sont moins importants, au niveau de la quantité de sel dissout, que dans le cas du sulfate de sodium.

Ces mêmes auteurs se sont également penchés sur la variation de la concentration de la solution, selon sa profondeur dans le bassin d'essai. Ils ont notés, pour une solution stationnaire, que le sel en déposition continuait de se dissoudre longtemps après

son immersion, ce qui avait pour effet d'augmenter la concentration dans la partie inférieure de la solution. Cette variation de concentration entre la solution près de la surface et celle en contact direct avec le sel en déposition peut atteindre 2%. Cette information prend de l'importance avec les résultats expérimentaux de Walker et Proudley[8] qui détectent, pour de très faibles variations de concentration dans la zone de saturation de la solution, une fluctuation de plus de 60% dans les pertes avec le M_gSO_4 et de près de 100% pour le Na_2SO_4. Cela accentue donc la nécessité d'un brassage fréquent de la solution afin de maintenir la concentration la plus uniforme possible dans tout le volume.

D'autres facteurs ont également fait l'objet de recherches expérimentales plus spécifiques. Outre le contrôle de la température de la solution, particulièrement pour le Na_2SO_4, la nécessité de maintenir une quantité suffisante de sel sous forme de précipité s'est avérée un élément nécessaire afin de maintenir la saturation de la solution.

La période de séchage a été, elle aussi, la cible de certaines études[7,15,25]. Les résultats ont ten-

dance à démontrer que la période standard de séchage, qui est de 4 à 6 heures, peut, dans certains cas, (surtout pour les agrégats fins) s'avérer insuffisante à la déshydratation des agrégats, ce qui aurait pour effet de réduire la sévérité de l'essai. Bloem (1948) a mesuré que la perte au M_gSO_4 pour une période arbitraire de séchage de 6-1/2 heures était généralement inférieure à la moitié de la perte pour un séchage complet - qui peut parfois atteindre plus de 30 heures. Dans un tel cas, une dégradation due aux effets thermiques peut cependant être impliquée, comme nous le verrons plus loin. D'autre part, Woolf[25], qui s'est attardé aux taux d'évaporation des divers fours en service, n'a pas imputé à ce facteur une importance notable. Parallèlement à cela, ce dernier a expérimenté un essai en faisant varier la période de trempage. La conclusion qu'il en a tirée, en regard de la sévérité de dommages qui augmentaient avec la période d'immersion, fut la nécessité de prolonger cette période pour au moins 14 heures, afin d'assurer une pénétration suffisante de la solution dans les pores des agrégats.

La mesure des pertes représenta également, pendant plusieurs années, un des points expérimentaux litigieux de l'essai au sulfate. Bien que la perte par

l'évaluation visuelle a très rapidement été remplacée par le tamisage, la taille des tamis utilisés pour analyser l'agrégat après l'essai ne faisait pas l'unanimité. La méthode stipulait, jusqu'au début des années'60, l'utilisation de tamis identiques avant et après l'essai. Au cours des années qui ont précédé la modification qui allait conduire à l'utilisation de tamis de dimensions inférieures à ceux utilisés au début de l'essai, plusieurs chercheurs ont encouragé cette pratique, aujourd'hui commune. Il s'est en effet avéré que les pertes mesurées sur des tamis de mêmes dimensions avant et après l'essai, ne mesuraient pas seulement la désintégration des agrégats, mais y intégraient également les particules qui n'étaient que légèrement altérées ou fragmentées, sans vraiment avoir subi de détériorations importantes [5,22]. Le consensus s'est fait pour l'utilisation de tamis étant constitués de mailles dont les dimensions sont 5/6 du maillage servant pour le premier tamisage[31]. Un grand nombre de facteurs, autres que ceux précités, ont également intéressé les chercheurs. Ainsi le type de récipient utilisé lors de l'immersion[8,10], que l'on choisit préférablement perforé, la marque de fabrication du sel[18] qu'on a tendance à ignorer malgré certaines variations notées, les dimensions et la représentativité

des échantillons[8,22], le lavage final qu'on a jumelé avec une titration au chlorure de baryum sans améliorations notables[18], l'utilisation d'une solution non-saturée[11], pas assez sévère semble-t-il, le drainage à la centrifugeuse pour les agrégats fins afin d'éviter la formation d'un "cake", la densité relative de la solution qu'on a fixé à 1,295 seulement en 1947[14], la quantité de solution nécessaire par rapport au volume de matériau testé, la fiabilité des divers instruments utilisés (balances, tamis, etc.) et une multitude d'autres caractères expérimentaux ont été étudiés dans les années qui ont précédé la standardisation de l'essai A.S.T.M. C-88 en 1963[34], et même subséquemment.

A travers ces nombreuses recherches, et l'utilisation abondante de ce test comme essai de routine, certaines observations expérimentales se sont notamment avérées importantes. On a par exemple remarqué que les pertes sur l'agrégat fin passant le tamis #100, n'étaient en aucune façon significatives[7,14], la dégradation de ce matériel pouvant être imputée à une multitude de facteurs autres que ceux reliés directement à l'essai. Dans un autre temps, on a souligné que les pertes inférieures à 5% pour le Na_2SO_4 n'avaient que peu de significations[46].

En ce qui a trait au M_gSO_4, Woolf[25] a évalué que des pertes inférieures à 2% étaient peu significatives; l'auteur est cependant d'avis qu'en fonction de la précision et de la sévérité de l'essai au M_gSO_4, ce seuil peut également être hausser à 5%. Des résultats expérimentaux permettent de corroborer cette conclusion[73]. Néanmoins, malgré les raffinements apportés à l'essai depuis ses premiers jours, un manque flagrant de reproductibilité des résultats[46,66,73] a eu pour effet de miner sa crédibilité. Il s'avère en effet que la reproductibilité des résultats sur un même matériau, dans un même laboratoire, s'est montrée inadéquate pour effacer le doute qui subsiste quant à sa valeur expérimentale. Ces écarts sont encore plus prononcés lorsque l'on désire reproduire l'essai entre divers laboratoires distincts, qui respectent pourtant tous la même norme[52]. On a voulu resserrer les exigences du standard, mais comme plusieurs personnes versées dans le contrôle de la qualité l'ont remarqué, les manipulations requerraient alors une dextérité et une minutie qui relève plus de la recherche que d'une simple évaluation qualitative de routine. Il n'est d'ailleurs pas assuré que des restrictions plus sévères amélioreraient sensiblement la reproductibilité de cet essai, les erreurs pouvant être attribuées autant à l'échantillon lui-même qu'aux manipulations.

Il est cependant indéniable que la précision de cet essai laisse sérieusement à désirer. Il n'est pas rare, en effet, de relever des écarts importants entre deux essais effectués sur le même échantillon. Ces écarts sont de nature, dans certains cas, à fausser les critères d'acceptations de certains agrégats, pour des limites fixées d'une façon trop inflexible. Il est, de toute évidence, hasardeux, pour un essai dont le coefficient de variation est si élevé (on peut ici parler de près de 40%, selon nos propres résultats expérimentaux) de fixer des valeurs de rejets inflexibles. D'autres facteurs, comme nous le verrons, rendent encore plus difficiles l'établissement de telles limites. Il n'en reste pas moins que l'utilisation générale de la solution au M_gSO_4, depuis 1976[52], constitue une nette amélioration.

Conscients de ces variations inhérentes à l'essai, une approche mise de l'avant par Walker & Proudley[8] et reprise plus tard par Woolf,[25] pourrait s'avérer une alternative intéressante pouvant minimiser les erreurs expérimentales, tout en réduisant les coûts de l'essai. Il s'agit, en fait, de n'utiliser qu'une seule fraction du gros agrégat et du fin pour évaluer sa durabilité; les opinions sur cette simplification sont partagées. Ainsi Walker & Proudley[8] ont eu un certain succès en n'utilisant que la fraction retenue sur le tamis #4 pour

le gros et celle retenue sur le #8 pour le fin, même s'ils ont dû admettre que la marge de variation de leurs résultats était assez élevée. Woolf[25] pour sa part, a plutôt favorisé les fractions entre les tamis #16 et #8 pour le fin et entre le 3/8" et 1/2" pour le gros; ses résultats expérimentaux ne sont malheureusement pas disponibles pour conclure sur la validité de cette hypothèse. Les résultats les plus positifs proviennent par ailleurs de Adams et Pratt[27] qui, effectuant des essais sur plusieurs types de sable, ont obtenu un coefficient de corrélation supérieur à 80% entre les pertes d'une fraction, soit le retenu sur #14, et la perte totale du matériau. La même estimation aurait, semble-t-il, pu être obtenue sur la fraction retenue au #8. Ces résultats sont très encourageants considérant la précision de cet essai. Des résultats ont également été obtenus par Aubertin & Cardin[53] sur de gros agrégats de carrières calcaires, avec un coefficient de variation de 30%, en utilisant la fraction retenue au 3/8", et inférieure au 1/2". Le New York State Department of Transportation utilise pour sa part la fraction 1/2" à 1" comme critère d'acceptation[52].

Cette modification aurait comme avantage de diminuer les erreurs de manipulation tout en permettant d'effectuer un plus grand nombre d'essais simultanément, et ce, dans un délai restreint. Il est cependant difficile, surtout dans le cas d'un matériau très hétérogène, de trouver la fraction qui permettrait une évaluation globale du matériau. Cette

approche se doit cependant, selon l'auteur, d'être étudiée à fond avant de l'accepter ou de l'écarter définitivement. D'autres critères pourront, à mesure que la compréhension des mécanismes de l'essai seront saisis, s'ajouter pour juger d'une façon théorique et pratique de la validité de modification d'un tel ordre. Il faudra, à cette fin, être à même d'évaluer la précision propre à cet essai, et ainsi déterminer si les imprécisions introduites par ces simplifications sont de nature à modifier la représentativité des résultats. Cet aspect sera étudié dans la partie expérimentale de notre projet.

C- Représentativité de l'essai:

Le manque de reproductibilité de cet essai n'apparaît pas comme étant son seul handicap sérieux. Sa valeur comme critère de sélection est également affectée par la difficulté de relier les informations obtenues à partir de ses résultats, avec les performances réelles des agrégats dans des conditions d'exposition naturelle. A ce sujet, un nombre impressionnant de recherches ont été effectuées sans jamais vraiment réussir à découvrir de correlations indiscutables. Nous allons, afin de mieux nous éclairer sur l'étendue du malaise, jeter brièvement un coup d'oeil sur les diverses conclusions des chercheurs qui se sont attardées à cette importante question.

Les hésitations quant à la représentativité de l'essai

au sulfate ne datent pas d'hier. Il faut se souvenir que de l'avis même de ses concepteurs, il ne constituait qu'un indice de durabilité et non un critère d'acceptation finale et indiscutable. On aurait cependant pu croire que les nombreuses améliorations apportées aux manipulations auraient pu conférer à ce test la crédibilité nécessaire pour en faire un critère de sélection fiable et largement accepté. La littérature en ce sens a néanmoins tendance à prouver le contraire. Ainsi, dès 1927, il a été noté que plusieurs types d'agrégats affectés sérieusement par l'essai au Na_2SO_4 avaient été utilisés avec succès dans un béton exposé aux intempéries[1]. Environ à la même époque, on a suggéré qu'un bon service des agrégats dans des conditions d'expositions naturelles peut annuler les résultats d'essai de durabilité au sulfate[2]. On suggère même de jumeler cet essai avec des essais de gel et dégels successifs; cela exprime assez bien les restrictions imposées à cet essai qui se sont, dans une certaine mesure, perpétuées jusqu'à nos jours.

Dans le même ordre d'idée, McCown[3] a mené une vaste enquête auprès d'une douzaine d'organismes différents pour tenter de corréler les résultats des essais au sulfate avec les performances des agrégats, pour diverses conditions d'exposition[3]. Il y note, par exemple, que certains cherts de l'Illinois, peu affectés par le Na_2SO_4, avaient tendance à mal supporter une exposition aux effets répétés du gel.

Dans un même temps, il rappelle qu'au Michigan, au Wisconsin et au Minnesota, d'autres résultats tendaient à démontrer l'existence d'une relation entre la durabilité des agrégats en service et leur résistance aux essais de sulfate, bien que cette relation soit très grossière. A cette dernière conclusion, McCown ajoute cependant qu'il n'existe pas de véritable corrélation statistique satisfaisante entre les résultats d'essais au Na_2SO_4 et la durabilité des agrégats, principalement lorsqu'ils étaient inclus dans du béton de ciment.

Dans ce dernier cas, le National Crushed Stone Association a présenté plusieurs cas où de mauvais agrégats (selon l'essai au $MgSO_4$) pouvaient donner de bons bétons.

Ira, qui a pour sa part effectué des essais au Na_2SO_4 sur des sable à béton[5], a relevé de nombreux cas où celui-ci passait avec succès l'essai, sans toutefois offrir de bonnes performances dans un béton exposé. Tout cela résumait d'ailleurs l'opinion générale en ce qui a trait à l'utilisation du Na_2SO_4, c'est-à-dire qu'il pouvait s'avérer intéressant pour déterminer la valeur de service des agrégats exposés aux effets du gel, mais qu'il ne pouvait être utilisé pour prévoir la qualité des granulats à béton[7].

Reprenant ses expériences avec du $MgSO_4$, Ira a réussi à établir une assez bonne relation entre ceux-ci, et la qualité des sables confinés et non confinés dans le béton de ciment.

De son côté, Wuerpel n'a pourtant pu corroborer ces résultats avec le $MgSO_4$ n'ayant constaté que peu de relation entre ses essais et la durabilité des agrégats qu'ils soient confinés ou non[10]. Les contradictions de ce genre sont fréquentes et se perpétuent jusqu'à nos jours mais l'opinion globale semble plutôt pencher vers l'inexistence d'une relation stricte entre les essais au sulfate et la gélivité des agrégats lors de leur exposition en chantier (voir Gibson[13], Sweet[18], Brink[28], Bloem[34], etc.).

Cette conclusion s'avère plus particulièrement vérifiée au niveau des granulats à béton de ciment. Keyser[57-b] a par ailleurs relevé, pour des pavages de la région de Montréal, des cas où des pertes élevées au $MgSO_4$ n'empêchaient pas le béton bitumineux de se comporter d'une façon adéquate, ce qui pourrait porter à croire que la nature de l'essai au sulfate n'est pas propice pour évaluer la durabilité des agrégats confinés dans ce type de matrice.

Nous limiterons cependant nos discussions subséquentes au béton de ciment, le béton bitumineux ne pouvant être considéré au même chapitre des matériaux poreux, sa nature étant très dépendante de la viscosité de l'agent liant et des conditions d'enrobage des agrégats. La littérature sur ce sujet est cependant disponible et devrait faire l'objet de recherches attentives.

Malgré ces difficultés, plusieurs organismes ont insisté pour faire de cet essai une norme d'acceptation, en posant des limites fixes, comme critère de sélection, pour les agrégats de tous types d'usage et d'exposition. Le New York Department of Public Works a semblé le chef de file en ce sens en fixant dès la fin des années '20, à 10% la limite d'acceptation pour l'agrégat fin et à 15% celle du gros agrégat[3], lorsqu'ils sont testés avec la solution de Na_2SO_4. Ira s'est lui-même prononcé pour limiter à 17% les pertes permissibles des agrégats fins, subissant l'essai au $MgSO_4$, et destinés à une utilisation dans des bétons exposés[5].

Vers la fin des années '30, cette limite pour le gros agrégat variait entre 10% et 15%, pour le sulfate de magnésium[10]. Plusieurs auteurs semblaient alors abonder dans ce sens, insistant sur la nécessité de relever l'essai au niveau d'une norme d'acceptation, plutôt que d'un simple guide (voir Wuerpel[11], Mather[14], Woolf[25]), de sorte qu'encore aujourd'hui, plusieurs organismes décisionnels utilisent cette norme comme critère de sélection en y apposant des limites fixes.

Les mises en garde contre cette pratique sont pourtant abondantes (voir Garrity & al.[7], Walker et al.[8], Gibson[13], Bloem[34], Dolar-Mantuani[52] et autres) et généralement bien documentées.

Dans le but de palier à cette lacune et sans doute pour contourner cette difficulté, certaines études ont porté sur la possibilité d'établir des relations entre l'essai au sulfate et d'autres propriétés du matériau. Mais encore là, peu de succès ont été obtenus dans cette perspective.

Il s'est très tôt avéré que l'essai de durabilité au Na_2SO_4 ne pouvait être corrélé avec aucun autre essai standard utilisé sur les agrégats (tels les essais d'abrasion, de densité relative et autres[1]).

Plus généralement, il a été conclu que l'essai au Na_2SO_4 ne pouvait être relié à aucune autre propriété physiques ou chimiques des agrégats[3], si ce ne sont les propriétés reliées à la porosité du matériau[19].

Dans le cas du $MgSO_4$, il semble que l'on peut généralement associé à un agrégat fin résistant mal à cet essai, des caractéristiques de basse densité, une pauvre résistance à l'abrasion et un module d'élasticité faible. Il n'en va pas de même pour le gros agrégat qui semble pour sa part plus affecté par d'autres facteurs parmi lesquels sa taille semble tenir une grande importance[52], comme nous le verrons plus en détail ultérieurement.

Ces études, malgré des conclusions souvent décevantes, ont cependant permis de remarquer, comme nous l'avons

souligné précédemment, qu'une relation pourrait bien exister entre le caractère poreux des agrégats et leur perte aux essais au sulfate. Les premiers pas en ce sens n'ont été que peu encourageants.

Dès 1931, McCown concluait que, pour les calcaires du Wisconsin, aucune relation n'existait entre l'absorption du gros agrégat et son comportement à l'essai au Na_2SO_4 [3]. A la même période, des études menées sur le $MgSO_4$ ont établi une certaine forme de corrélation entre les pertes à l'essai et l'absorption du sable à béton[5]. On a d'ailleurs fixé une limite supérieure à l'absorption de l'agrégat fin, soit 1,5%, qui correspondait à une bonne durabilité au $MgSO_4$. Des conclusions similaires ont été reprises par Mather[14], qui y a vu un moyen d'estimer d'une façon assez rapide et précise les pertes à l'essai au sulfate de magnésium.

Il a cependant apporté quelques restrictions à cette façon de procéder, mais un coefficient de régression linéaire supérieure à 80% semblait encourageant. Des recherches ultérieures ont généralement abondé dans le même sens, sans toutefois pouvoir resserrer la relation d'une façon significative, surtout pour le gros agrégat. On admet cependant que la perte à l'essai au $MgSO_4$ est, dans une mesure clairement exprimée, fonction de son absorption.

L'étude de l'absorption des agrégats a amené quelques chercheurs à se pencher d'une façon plus spéciale sur la nature

des pores, qui pouvait influencer grandement l'ampleur de l'absorption. Ainsi, Verbeck et Landgren [29] ont établi que même si les essais au sulfate ne peuvent être directement relié à l'absorption du matériau, ils n'en demeurent pas moins associés aux diverses caractéristiques de porosité des agrégats.

Cette conclusion ne venait que confirmer les hypothèses de Wray et Lichtefeld, élaborées vingt ans plus tôt[12]. Pour divers essais de durabilité, ces derniers ont, entre autres, insisté sur la notion de degré de saturation, notion que nous reverrons plus spécifiquement lorsque nous nous attarderons aux mécanismes de détérioration ainsi qu'aux autres caractéristiques sorptives des agrégats.

Dans un autre ordre d'idée, il a été tenté à plusieurs reprises d'établir des relations entre les essais au sulfate et des essais de gel-dégel simulés en laboratoire.

McCown a d'abord évalué la sévérité de cinq (5) cycles au Na_2SO_4 à près de vingt (20) cycles de gel-dégel répétés sur des agrégats fins[3].

Ira a pour sa part approximer expérimentalement la valeur de cinq (5) cycles au $MgSO_4$ à deux fois celle de soixante (60) cycles gel-dégel, toujours sur un sable.

Ultérieurement, Wuerpel a établi que dix (10) cycles au $MgSO_4$ avaient une sévérité 1,32 fois supérieure à celle

d'un même nombre de cycles de gel-dégel sur le gros agrégats, sans toutefois obtenir une grande précision des résultats[10] (le rapport pouvait passer de moins de 0,50 à plus de 2,00).

A mesure que les recherches se faisaient plus intenses, la relation apparaissait de moins en moins évidente, jusqu'à ce qu'en 1958, Brink[28] conclut qu'aucune corrélation directe n'existait entre les essais au sulfate et les essais de gel-dégel sur des agrégats non confinés (des résultats contraires ont été trouvés expérimentalement par le ministère des Transports du Québec, mais l'auteur se réserve le droit d'attendre un échantillonnage plus important avant de conclure). Il n'apparaît d'ailleurs pas que la méthodologie employée par les divers chercheurs, qui variait passablement d'un à l'autre, puisse améliorer cet état de chose. Toutefois, il est indéniable que l'un et l'autre sont plus ou moins relié aux mêmes facteurs sorptifs, ce qui leur confère, comme nous le verrons, un certain lien de parenté (limité).

A la lumière de ces premières informations, l'utilisation de cet essai comme critère décisionnel de sélection peut s'avérer hasardeux. Sa faible reproductibilité, son imprécision, son manque de corrélation avec les performances réelles des agrégats dans des conditions d'exposition naturelle en font un essai qui apparaît comme peu fiable.

Mais même si son utilisation comme critère de rejet a été maintes fois dénoncée, on a souvent eu tendance à le considérer comme valable pour accepter les agrégats qui le subissait avec succès [19,25]. Pourtant, il est essentiel de répéter que même dans cette optique, il peut être aléatoire de l'utiliser, puisqu'il a été noté que certains agrégats pouvaient très bien réussir à résister aux essais au $MgSO_4$ tout en ne pouvant pas vraiment être adéquats pour des bétons exposés[34]. Il en va de même pour des agrégats non confinés qui ont bien réagit lorsque soumis au $MgSO_4$, mais qui se détérioraient considérablement sous des cycles répétés de gel et dégel[53].

Il demeure néanmoins que cet essai est largement utilisé car il est relativement rapide et peu coûteux. Les observations précédentes devront cependant être retenues, dans l'intérêt de la qualité des constructions de génie civil, de même que les conclusions qui viendront s'y greffer dans les chapitres subséquents.

D - Facteurs d'influences et mécanismes de détérioration

Afin de déceler les sources possibles qui peuvent causer le manque de représentativité de l'essai, il peut s'avérer important de s'attarder plus particulièrement à certaines propriétés intimement reliées à la durabilité à l'essai au sulfate et à leurs influences sur le type et l'ampleur des dommages subis par les agrégats.

- Caractéristiques de porosité:

Il a été précédemment établi que seules les propriétés sorptives des agrégats semblaient connexes à cet essai. Parmi celles-ci, l'absorption est la mesure la plus directe, et sûrement la plus utilisée de ces caractéristiques.

Malheureusement, comme il a été établi précédemment, des résultats expérimentaux démontrent clairement qu'il est impossible de corréler d'une façon précise l'essai au sulfate avec l'absorption[5,23,73], sauf peut-être dans certains cas particuliers, pour les agrégats fins[14,27]. A ce sujet, même si intuitivement on peut comprendre le bien-fondé d'une telle relation, il est important de comprendre que plusieurs autres facteurs d'un autre ordre sont impliqués, ce qui fausse dans une certaine mesure, comme nous le verrons ultérieurement (réf.: Chap. IV), la validité de cette corrélation.

Il a plutôt été avancé que la durabilité à l'essai au sulfate était relié à la porosité des agrégats[1] (bien que trop d'irrégularités soient notées pour rétablir quelque corrélation statistique que ce soit); celle-ci peut être définie comme le rapport du volume des vides dans l'agrégat, sur son volume total.

Plus particulièrement, le degré de saturation qui est le rapport entre le volume d'eau (ou de solution) et le volume des vides dans le matériau, s'est vu accordé une grande importance[2,19]. On s'est également intéressé à la distribution des pores selon leurs dimensions.

C'est dans cette optique que la mesure de la porosité revêt une grande importance[60]. Il n'est pas dans le mandat de cette recherche d'étudier en profondeur les diverses méthodes utilisées à cette fin. L'auteur croit cependant qu'il peut s'avérer utile de survoler rapidement quelques-unes de ces méthodes, afin de mieux saisir les relations qui sont apparues aux nombreux chercheurs selon leur compréhension de la structure poreuse des agrégats.

Les premières mesures de porosité, effectuée par Hirschwald (1908), se faisaient par le biais des essais d'absorption et de densité relative sur le matériau intact et sur le matériau broyé[1,19]. Cela donnait évidemment une mesure assez grossière qui ne tenait compte d'aucune des caractéristiques intrinsèques des pores. Des résultats similaires à cette première méthode ont été obtenus par l'utilisation d'une pression négative (vacuum) pour augmenter l'absorption et ainsi révéler le volume total des vides dans l'agrégat. Comme dans la méthode précédente, la mesure de la variation de densité relative permettait de déterminer la porosité globale de l'agrégat[19,23].

On s'est ensuite intéressé à des méthodes techniquement plus avancées permettant de déterminer la dimension moyenne des pores. Parmi celles-ci, l'identification au microscope s'est avérée efficace, bien qu'onéreuse et assez longue. On s'est plutôt tourné vers la théorie capillaire afin d'élaborer d'autres méthodes.

Cette théorie, basée sur la loi de Darcy (universellement utilisée dans l'étude du mouvement des fluides), relie la pénétration capillaire avec le diamètre des pores[68], dans les matériaux poreux; la pénétration étant inversement proportionnelle au diamètre du conduit (à l'intérieur d'une certaine marge) et fonction du temps, il devenait possible d'établir une relation simple entre la variation de la teneur en eau, pour un temps fixé, et la dimension moyenne des pores[17,23]. Cette méthode a cependant ses limitations, l'épaisseur des films d'eau de dimensions moléculaires (eau adsorbée) étant très difficile à déterminer ainsi. Une autre méthode basée sur l'application de la théorie de Kelvin permet d'atteindre une plus grande précision, surtout à l'échelle moléculaire. Dans cet essai, on relie la dimension moyenne des pores avec la pression désorption nécessaires pour déshumidifier le matériau[17].

D'autres méthodes plus spécifiques, telles celles orientées sur les théories de Langmuir, du B.E.T. et de Harkins-Jura sont également utilisées, bien qu'assez rarement pour des fins reliées au génie civil.

Une méthode beaucoup plus utilisée est celle du porosimètre à hydrogène[9]. Cette méthode, basée sur la théorie de la perméabilité à un gaz (ou à un liquide), donne des résultats assez similaires à la méthode capillaire citée précédemment, bien qu'étant sensiblement plus précise.

A mesure que la technologie se raffinait, des méthodes permettant un plus grand éventail de possibilités sont apparues. Il est maintemant permis de mesurer avec une grande précision la fréquence de distribution des pores dans le matériau, selon leur dimension.

Outre la méthode approchée de l'absorption des gaz, qui fournissait pour une longueur estimée des pores, le rayon nominal et sa variation[16] (théorie de Wheeler), le porosimètre au mercure est sans doute la méthode qui a été, et demeure, la plus uitlisée. Cette méthode conçue en 1921, et modifiée subséquemment à plusieurs reprises, permet une mesure de la porosité effective, par intrusion de mercure[40], forcée à une pression pouvant atteindre 60 000 psi.

Sachant que le diamètre des pores pénétrées par le mercure est une fonction directe de la pression appliquée pour une tension de surface et un angle de contact constants, cette méthode permet d'établir des courbes de distribution des pores selon leur dimension, par la mesure de la vitesse de pénétration (ou de la profondeur de pénétration) en faisant varier la pression appliquée.

Bien que le diamètre approximatif des atomes de mercure soit d'un peu plus de 3 Å, il apparaît difficile de mesurer avec cet appareil des pores de dimensions inférieures à 35 Å, dû au phénomène de coalition du mercure [20]; cette précision s'avère cependant suffisante pour le type d'usage visé. On dénote également certaines imprécisions qui se traduisent par des phénomènes d'hystérésis dans la gamme des macro-pores; on peut cependant combiner cette méthode avec une autre moins précise, pour de telles conditions, étant généralement plus intéressée par la micro-structure que par des caractéristiques identifiables à l'échelle macroscopique.

Une modification de la méthode de désorption permet, par la mesure de la variation de la vitesse d'évaluation de l'eau ~~dans~~ un échantillon saturé essoré ~~au vacuum~~ [23], d'arriver à des résultats similaires, bien que d'une façon moins précise. Des méthodes par diffraction des rayons-X, de même qu'une plus récente axée sur le déplacement de l'air par l'utilisation d'un liquide non-polaire (en l'occurrence du verre), sont aussi utilisées avec succès dans la mesure de la porosité locale [23,42].

Toutes ces méthodes n'ont qu'un but: déterminer la structure exacte des agrégats et de leurs pores. Cela a emmené à des constatations fort intéressantes qui nous permettent de mieux comprendre les mécanismes de destructions comme nous serons à même d'en juger.

- Mécanismes de détérioration:

On a, depuis fort longtemps, associé les mécanismes de dété-détérioration de l'essai au sulfate avec la croissance des cristaux salins à l'intérieur des pores de l'agrégat[1], d'où la relation évidente avec sa structure poreuse.

La théorie originale pour expliquer ces mécanismes est assez simple. Lors de la première immersion des agrégats dans la solution saturée, les pores se remplissent de liquide; au séchage qui suit, le sel anhydre se cristallise dans les pores et dans une certaine mesure, sur les parois externes. Lors de la seconde immersion, le sel anhydre entre en contact avec la solution saturée. Ne pouvant passer en solution, il se transforme simplement en une autre forme cristalline, celle-ci étant hydratée. Ces cristaux de sel hydraté ont un volume de beaucoup supérieur à celui du sel anhydre, de sorte qu'une expansion dans le milieu confiné peut amener la création d'une pression (7,10 et autres).

Au niveau du Na_2SO_4, deux formes hydratées sont généralement décelables, soit l'heptahydrate ($Na_2SO_4 \cdot 7\ H_2O$) et le décahydrate ($Na_2SO_4 \cdot 10\ H_2O$), comme le démontre la figure II-1; il est, dans ce cas, difficile de prévoir le rapport exact d'expansion cristalline lors de l'hydratation.

Pour le $MgSO_4$ qui ne s'hydrate que sous une seule forme sous ces conditions - les autres formes étant présentes dans une mesure négligeable - on peut estimer que l'expansion est de l'ordre de 160%[67], (et non 172%, tel que généralement acceptée[10]). On verra que cette expansion est cependant due au passage de la forme monohydrate à la forme epsomite, et non de la forme anhydre.

Ce mécanisme, qui laisse présager que les effets destructifs se produisent dans la solution, tend à démontrer que les dommages n'apparaîtraient théoriquement qu'au deuxième cycle, le premier ne servant, dans une certaine mesure, qu'à saturer les agrégats. Les cycles subséquents ne produiraient que des effets de fatigue en imposant alternativement le même type de contraintes. On peut également penser qu'à chaque cycle, une certaine quantité de sel s'ajoute à l'intérieur des pores[19], pour ainsi augmenter proportionnellement l'importance des contraintes.

Des observations au microscope ont par ailleurs démontré que la croissance des cristaux suit préférentiellement le chemin de moindre résistance[7,10,19,34], ce qui laisserait supposer que peu ou pas de pression ne serait appliquée sur les parois, jusqu'à ce que les pores soient entièrement remplis pour créer l'effet de confinement nécessaire.

On peut ainsi être amené à croire que les premiers cycles ne produiraient que peu d'effets destructifs, soit jusqu'à ce que la solution saturée ne puisse plus pénétrer les

pores et que seules les formes heptahydrate (et/ou décahydrate) et anhydre (ou monohydrate) soient présentes dans l'agrégat mis en solution. Selon une schématisation des différentes phases, pour les cylces de l'essai, Bloem[34] a déterminé l'existence d'un cycle critique, au-dessous duquel aucune détérioration des agrégats ne devrait se faire. Ce cycle critique correspondrait au quatrième cycle pour le Na_2SO_4 et au troisième cycle pour le $MgSO_4$.

Pourtant, il a été observé expérimentalement que les premiers cycles produisaient également un certain degré de dégradation des agrégats. Ainsi, plusieurs chercheurs ont constaté qu'une destruction non négligeable apparaissait lors des deux premiers cycles[10,73]. Il a également été démontré que l'effet des cinq premiers cycles était généralement plus important que les cinq subséquents, dans le cas d'un essai à 10 cycles au $MgSO_4$[10]. L'existence d'un cycle critique doit donc être rejetée, du moins en tant que théorie fondamentale, comme l'a plus tard admis Bloem.

Certaines explications ont été fournies pour tenter d'expliquer, du moins en partie, ce manque de conformité avec les théories standards. Garrity et Kriege[7] ont réussi, en utilisant comme moyen d'identification les propriétés optiques des minéraux, à identifier les cristaux de sel lors des différentes étapes de l'essai. Le moyen d'identification, appelé ligne d'action "Becke", est basé sur

le fait qu'une phase cristalline, immergée dans un liquide d'un indice de réfraction différent, montre une frange de lumière à sa surface de contact avec le liquide, lorsque le champ est au foyer. Lorsque la lentille du microscope est légèrement relevée, afin d'amener le champ hors foyer, la frange lumineuse se déplace dans la direction de la substance la plus réfractaire. Connaissant l'index de réfraction de la thernardite (Na_2SO_4 anhydre) et de la mirabilité (Na_2SO_4 - 10 H_2O), une identification des cristaux dans le kérosène s'est avérée très révélatrice. Il en a été de même pour le $MgSO_4$ observé dans divers types d'huiles lubrifiantes.

Grâce à ce moyen, on a pu constater très tôt que dans certains cas, l'obstruction des pores par des cristaux conduisait à une saturation imparfaite des pores. La difficulté à remplir adéquatement les pores avec la solution laisse supposer que l'effet du confinement est susceptible de se produire avant l'entière occupation de celui-ci par le sel, ce qui pourrait accélérer le processus de détérioration des agrégats.

Il est d'autre part apparu que dans l'essai au $MgSO_4$, la forme anhydre ne semble jamais apparaître, pour un essai proprement conduit (période séchage à 110°C ≤ 6 heures), mais qu'on ne retrouve que la forme monohydratée ($MgSO_4 \cdot H_2O$), ce qui n'est pas le cas pour le sulfate de sodium[34].

On a par ailleurs pris connaissance que les pertes à l'essai au sulfate dépendaient, dans une certaine mesure, de la taille des particules testées.

Ainsi, Wray & Lightefeld[12] ont établi que, pour un degré de saturation identique, les grosses particules étaient plus affectées par divers essais de durabilité que celles de moindres dimensions. Cela a été confirmé plus tard par Mather, qui a effectué ses observations sur un sable testé au $MgSO_4$[14].

Pourtant, il n'est pas rare, dans un essai au sulfate, que les plus grosses particules résistent mieux que les petites[12,53]. On peut expliquer ce fait en rappelant que les grosses particules, se saturant moins rapidement, n'atteindraient pas le même degré de saturation que les petites particules, pour un même temps de trempage. La taille des particules apparaît donc comme un autre facteur d'influence qu'il est bon d'avoir bien en mémoire pour comprendre les mécanismes de détérioration de l'essai[52].

Ces dernières observations n'expliquent pourtant pas entièrement la nature exacte des phénomènes impliqués dans l'essai. Les dommages après un seul cycle, le peu de similitude avec les essais de gel-dégel, les pertes accentuées par une période prolongée de séchage, et autres, permettent de supposer que des actions d'ordres physique, chimique, thermique et autres peuvent être également

impliquées dans un tel essai. Le Chapitre IV sera d'ailleurs consacré à une meilleure compréhension de la nature de l'essai au sulfate, en se consacrant sur les effets secondaires qui jouent grandement sur le type de mesure obtenue.

***

III - LES EFFETS DU GEL

A - Concepts de base:

Lorsque l'on parle de l'analogie qui existe entre l'essai au sulfate et les effets du gel, on se réfère généralement au concept de l'eau qui, lors de sa solidification, prend une expansion volumique d'environ 9%.

La formation de ces cristaux de glace serait ainsi la source d'une action purement mécanique, causant une pression sur les parois des pores[2]. La force ainsi exercée par le gel de l'eau à l'état confiné, varie de 0 psi à 32°F (0°C) jusqu'à environ 29 000 psi (200 MPa) à -4°F (-20°C), et ce, d'une façon linéaire, telle que démontrée expérimentalement[19,23,39].

Une des premières formulations mathématique élaborées, à partir de cette théorie, a été émise par Powers[24]. Ce dernier a voulu exprimer la variation de la teneur en eau, lors de cycles successifs de gel-dégel, dans un milieu saturé.

Ainsi, il a établi: $\Delta V = W_i\ (1{,}09)^n - 1)$

où W_i = teneur en eau initiale

n = nombre de cycles

Cette approche s'est cependant expérimentalement avérée fausse, le taux de croissance de 9% n'étant pas observé. Bien que diverses explications furent émises pour justifier cette anomalie, il est très vite apparu que la simple théorie de l'expansion cristalline ne pouvait être tributaire de la totalité des phénomènes de destruction par des cycles alternatifs de gel-dégel.

Blaine et al. ont repris de Powers une autre hypothèse voulant que l'action du gel se traduirait par la création d'une pression hydraulique, due à la migration de l'eau et au développement des cristaux de glace[21]. Pour des matériaux de très faible perméabilité interne, cette pression hydraulique peut être plus grande que la résistance du matériau, ce qui causerait des dommages aux agrégats. Cette théorie a plus tard été reprise par plusieurs auteurs et a généralement servi de modèle pour expliquer les effets de détérioration du gel[37], (voir aussi Powers[26], Verbeck et Landgren[29], et quelques autres).

Les nombreuses études sur les effets du gel dans les matériaux rocheux, ont par ailleurs permis de relever quelques observations très pertinentes. Ainsi, on a établi que plusieurs facteurs indépendants influençaient la durabilité des agrégats. Parmi ceux-ci, relevons la dimension des particules, la porosité, le degré de saturation, la température minimale, le taux de refroidissement et le temps de maintien du gel (2,4,18,21,26 et autres).

Comme dans l'essai au sulfate, ce sont principalement les propriétés sorptives des agrégats qui ont intéressé les chercheurs; encore là l'absorption s'est vu accorder une attention toute spéciale. La distribution hétérogène des pores dans la majorité des matériaux n'a cependant pas permis, croit-on, d'établir de relation directe entre l'absorption et la durabilité des agrégats, malgré de nombreux efforts en ce sens[4,19,40 et autres]. Pour des raisons similaires, la porosité globale ne peut être considérée comme une mesure directe de la durabilité des matériaux[24].

Le degré de saturation s'est très avantageusement révélé la mesure la plus significative de ces propriétés [38]. Des observations ont clairement démontré que la détérioration des agrégats augmentait à mesure que la teneur en eau croissait[12,21], d'où un lien étroit avec le degré de saturation. La modélisation mathématique de Powers, qui s'est plus tard avérée erronée, a permis d'établir qu'un degré de saturation inférieur à 0,917 devrait conduire à une bonne résistance aux effets du gel puisqu'elle permettrait l'expansion volumique totale de l'eau dans un milieu confiné.

Le degré de saturation critique s'est expérimentalement révélé être plus près de 0,85 que la valeur émise par Powers[19]. Une grande variation de

cette valeur critique ne permet d'ailleurs pas de considérer le degré de saturation global (par opposition à local) comme un critère général d'évaluation de la durabilité. Les mêmes raisons d'hétérogénéité peuvent encore être invoquées pour expliquer ces divergences.

Ces études ont cependant démontré que le degré de saturation était affecté par la capacité d'absorption et de rétention d'eau du matériau. L'action capillaire s'est donc révélée comme facteur d'influence secondaire, en rapport avec les propriétés de résistance au gel. Sweet (1948) a souligné que ses résultats expérimentaux permettaient d'affirmer que la durabilité était affectée par la quantité de pores de taille inférieure à 0,005 mm, qui sont le plus soumises aux actions capillaires.

Il en a donc conclu que les dommages prenaient naissance à l'intérieur de ces pores de dimension microscopique. Bien que la détermination de l'existence d'une taille critique peut être considérée comme un avancement fondamental dans la compréhension de tels phénomènes, les recherches subséquentes n'ont pu établir de corrélation directe entre la quantité de pores de dimension critique et la durabilité des agrégats[18,23]. Reliant ce nouveau critère avec la facilité d'absorption des particules, l'hétérogénéité de la distribution des pores est encore apparue comme l'explication logique de ces écarts.

Il n'en demeure pas moins qu'il devenait évident que la microstructure du matériau devait être considérée comme une des principales propriétés affectant sa durabilité [21,26,38,60], même si ces implications réelles n'étaient pas entièrement saisies. La dimension des pores et leur distribution allait donc s'avérer une donnée importante pour expliquer plus avant les effets du gel[54].

Cette nouvelle approche n'entrait d'ailleurs pas en contradiction avec la théorie des pressions hydrauliques, puisqu'il apparaissait normal de considérer les contraintes créées dans les micro-pores par la migration de l'eau, supérieures à celles générées dans des pores de plus grandes dimensions, où la rétention capillaire est moins grande, d'où une perméabilité accrue[29,40]. Cela permettait d'expliquer également la détérioration plus accentuée de grosses particules, pour un degré de saturation constant [12,37]. On pouvait en effet estimer que les chemins de drainage étant plus longs dans les gros agrégats, il était normal que les dommages soient plus sévères en regard d'une perméabilité réduite, donc de contraintes plus élevées.

La lumière semblait donc toute proche. Pourtant certaines observations troublantes allaient à l'encontre, du moins partiellement, d'une telle théorie.

Ainsi, Verbeck & Langgren (1960) ont émis l'hypothèse que, dû à la petitesse des pores (?) et à la présence de certains éléments solubles en solution, l'eau dans les micropores ne gelait pas entièrement. Cela semble contredire les hypothèses voulant que la détérioration naisse de ces pores de petites dimensions.

C'est donc pour mieux saisir la nature de ces contradictions que l'étude des phénomènes à l'échelle microscopique sera abordée à la prochaine section.

B - Phénomènes à l'échelle microscopique:

Il est bon, avant d'entamer une telle discussion, d'énoncer quelques brefs rappels sur la nature de l'eau et les propriétés de la glace.

- L'eau

L'eau est ce liquide incolore et inodore, qui est formé de deux volumes d'hydrogène pour un volume d'oxygène. Le lien qui unit ces deux types d'atomes, dans la molécule d'eau, est formé d'une liaison ionique (attraction électrolytique anions-cations) qui compte pour 40% du lien total, et d'une liaison covalente (partage directionnel des électrons). Ces deux types de liaison présents dans la molécule d'eau conduisent à un lien orienté préférentiellement, dont l'angle interne est environ 105° (dimension maximale: 1,54Å). Cette orientation donne naissance à un dipôle permanent qui affecte grandement les propriétés de l'eau (65).

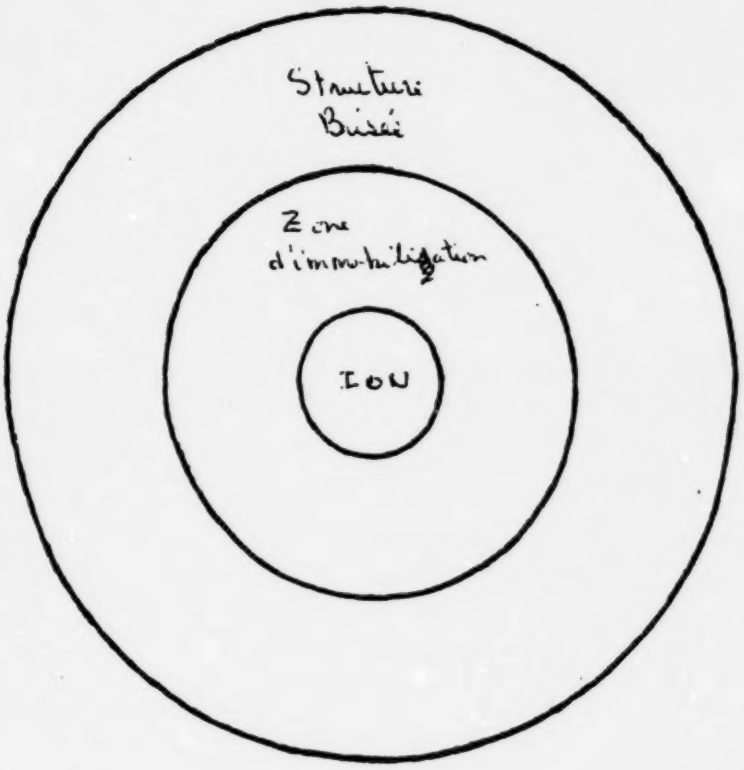
La structure de l'eau liquide n'est pas exactement connue. Plusieurs modèles ont été proposés à la lumière des évidences physiques et chimiques disponibles. Le modèle de Pople (1951), dit lien

hydrogène distordu, semble celui qui s'accorde le plus avec les données expérimentales. Cette représentation permet aux voisins du deuxième et troisième échelons de pénétrer dans la zone près de la molécule centrale, ce qui donne lieu à un nombre apparent de proches voisins supérieur à quatre. Les liens hydrogènes distordus peuvent également être confondus avec des liens brisés, sans distinction fondamentale pour l'eau liquide[62].

De par leur nature polarisée, les molécules d'eau sont attirées par les ions en solution, conduisant à l'hydratation de ceux-ci. Les ions positifs attirent le coin négatif de la molécule d'eau et inversement pour les anions. Cette interaction ion-eau dérange la structure normale de l'eau et conduit à une forme plus structurée du liquide dans la zone d'influence de ceux-ci (voir figure III-1).

- La glace:

La physique de la glace est un sujet complexe, abondamment documenté. Bien qu'il n'entre pas dans les visées de l'auteur d'entrer en détail dans l'étude des diverses formes cristallographiques de celle-ci, il apparaît utile de s'attarder sur quelques propriétés fondamentales de ce solide qui semble s'avérer la cause de tant de dommages physiques.



Zone d'immobilisation : molécules fortement orientées dans le champ de l'ion ; peu d'énergie cinétique

Zone de structure brisée : structure aléatoire et désordonnée

Zone normale : eau avec une structure normale, bien que sous influence du champ ionique

Fig III-1 Interaction eau-ion (postulat de Frank et Wen (1957))

Trois types principaux de structure cristallographique sont connus à ce jour, soit: la structure hexagonale, trouvée généralement dans la nature, la structure cubique et la forme amorphe non-cristalline. Cette dernière forme n'est retrouvée que pour des conditions spécifiques de température et de pression (température basse avec pression très élevée[65]).

Comme chacun le sait, la glace est l'un des rares solides dont la densité est moindre que celle du liquide correspondant, dû à une expansion volumique de 9%.

La densité de la glace est de 0,9166 g/cm^3 à 0°C, par opposition à une densité de 1 g/cm^3 à 4°C[64]. La glace est constituée de grains dont les formes peuvent être granulaires, tubulaires ou plates et dont les dimensions peuvent varier de moins de 1 mm à plusieurs mètres[63]. Ces grains, dû à une anisotropie de la résistance au cisaillement, ont tendance à se déformer de façon asymétrique; s'ils sont soumis à un effort axial dans le sens de la longueur, il se déforment généralement comme un paquet de cartes, pour une charge excentrique ou ponctuelle.

Le comportement de la glace peut être élastique au visco-plastique. Pour des températures près du 0°C, on retrouve généralement l'état visco-plastique caractérisé par une résistance au cisaillement qui est

fonction du temps (fluage) et par un module d'élasticité élevé. Le module de Young est d'ailleurs fonction de la température et du taux de déformation. Il peut ainsi passer de 10 GN/m^2 pour des températures légèrement inférieures au point de congélation à moins de 0,1 GN/m^2 pour de basses températures, alors que sa fragilité augmente et que sa ductilité diminue. Pour de basses températures, la glace se comporte alors d'une façon élastique, jusqu'à une déformation limite, où elle redevient visco-plastique.

Pour la gamme de température qui nous intéresse, le fluage se doit d'être considéré, puisqu'il peut être la source d'une relaxation des contraintes[63]. Malheureusement, peu d'informations sont disponibles sur le fluage dans des cas de contraintes multiaxiales appliquées sur la glace. D'autre part, la résistance de la glace est affectée par les conditions de confinement. Ainsi, un confinement total peut doubler sa résistance en compression. Un confinement biaxial ne modifie cependant pas cette résistance, qui est grandement fonction de la température.

Comme la majorité des solides, la glace se contracte lorsque la température diminue. Son taux de déformation thermique est défini comme suit:

$$\dot{\varepsilon} = \alpha \dot{T} \quad \text{(Drouin \& Michel - 1971)}^{(63)}$$

où $\dot{T}$ = taux de variation de la température

α = coefficient d'expansion thermique

$= (54 + 0{,}18\ T)\ 10^{-6}/^{\circ}C$

T = température inférieure à $0^{\circ}C$

Ainsi, une variation de température de $-40^{\circ}C$ à $0^{\circ}C$ conduirait à une déformation de 0,25%, ce qui provoquerait un accroissement théorique des contraintes pour un comportement élastique de l'ordre de 25 MPa, pour un confinement total[63] ; des observations démontrent cependant que cette contrainte serait considérablement moindre dû au comportement visco-élastique.

On retrouve souvent, occluses dans la glace, des impuretés, qui sont généralement de l'air ou du sel. Dans ce dernier cas, la présence de sel en solution modifie considérablement le processus de formation de la glace. Ainsi, le point de congélation de la solution saline ~~varie inversement~~ avec sa concentration. Souvent, pendant un gel progressif, le sel est rejeté du front de gel, vers les zones hors d'influence. Par ce processus, la concentration de sel dans la solution près de l'interface eau-glace augmente d'une façon constante. Si cette concentration devient assez élevée, l'interface

devient instable de sorte que le sel est incorporé dans la glace sous forme d'une poche de solution saline. Si la température est abaissée suffisamment, soit jusqu'à un point eutectique, l'eau de la solution saline gèle et rejette le sel qui soit de la solution pour s'incorporer directement à la glace.

Le sel présent dans la structure cristalline de la glace modifie les propriétés de celle-ci. Ainsi, la résistance en compression et le module d'élasticité en sont affectés, puisque la période de comportement visco-plastique est prolongée.

· Capillarité et adsorption:

Les mouvements capillaires qu'on peut attribuer à la tension de surface de l'eau, sont des mouvements lents et progressifs. Comme il a été précédemment mentionné, la capillarité est fonction du temps et du diamètre du conduit - tel que démontré dans l'expérience de Jamin[68]. L'eau capillaire se trouve dans un état de pression négative, ce qui augmente sa cohésion; son comportement comme liquide newtonien n'est cependant pas affecté de façon significative, dans les cas qui nous intéressent. La rétention capillaire étant une force inversement proportionnelle à la perméabilité, il est donc normal, tel qu'énoncé précédemment, de considérer la rétention d'eau plus élevée dans les conduits où les forces capillaires sont importantes.

Par ailleurs, dû à une certaine particularité déjà énoncée des molécules d'eau, la rétention capillaire n'est pas la seule force qui peut modifier le comportement de l'eau occluse dans les agrégats minéraux. Comme l'ont souligné quelques auteurs (Verbeck et al. (1960), Iyer et al. (1975), Hudec (1978) et autres), l'eau située le long des surfaces de contact peut se trouver à l'état adsorbée.

Cette notion d'eau adsorbée que l'on retrouve depuis longtemps en mécanique des sols, spécialement pour les matériaux argileux, est due conjointement à la polarisation des molécules d'eau et à la déficience de charge (généralement positive) sur la surface des minéraux(62).

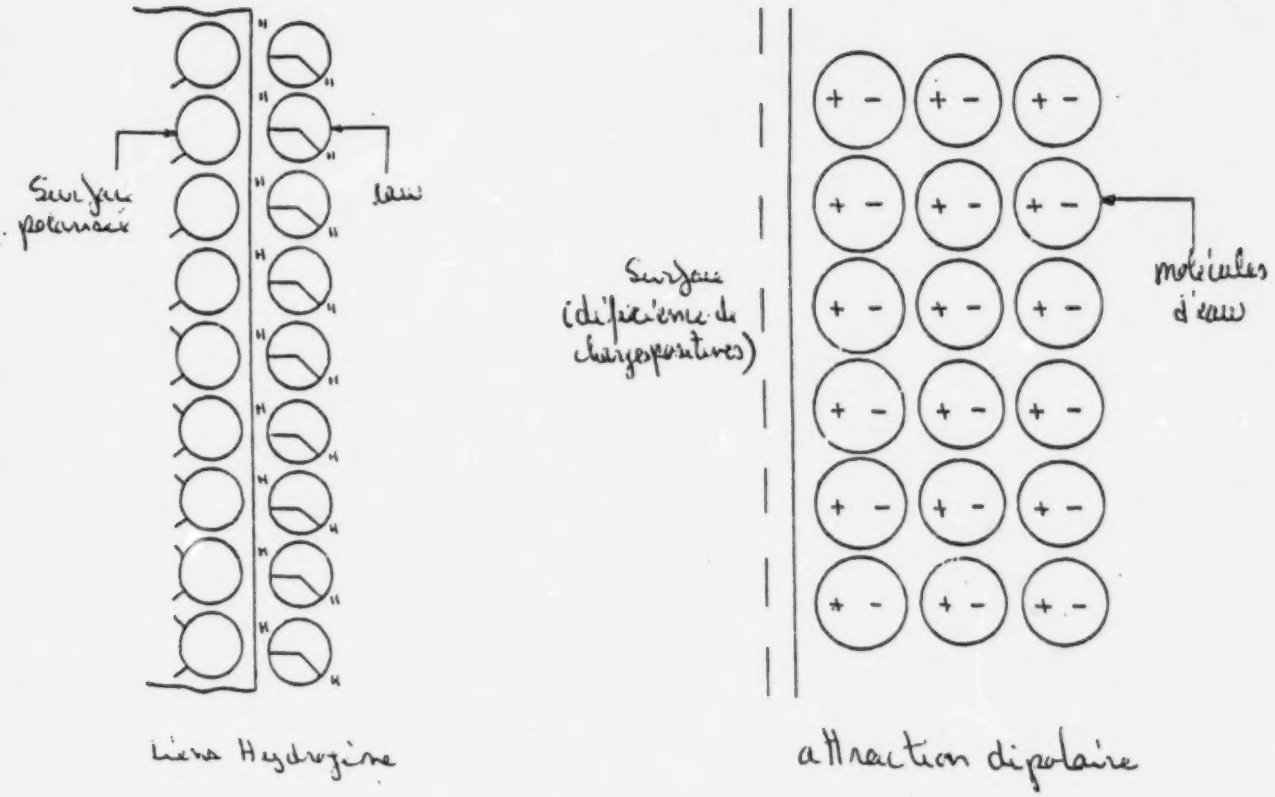
Ces surfaces, chargées électriquement, vont attirer l'eau; des liaisons H, très fortes sur de courtes distances, vont provoquer une forme de structuration des molécules d'eau près de ces surfaces (voir figure III-2.a).

D'autres liens, du type Van der Walls, peuvent s'ajouter à celles-ci, qui vont prolonger le rayon d'action de cette surface (les liaisons Van der Walls sont moins affectées par la distance que les liens H).

Il en résulte la formation d'une couche dense d'eau structurée préférentiellement près de la surface de contact d'où l'appellation de double couche. L'eau adsorbée, on en est conscient, a des propriétés fort différentes de l'eau usuelle, même si aucun modèle n'a encore réussi parfaitement à la représenter.

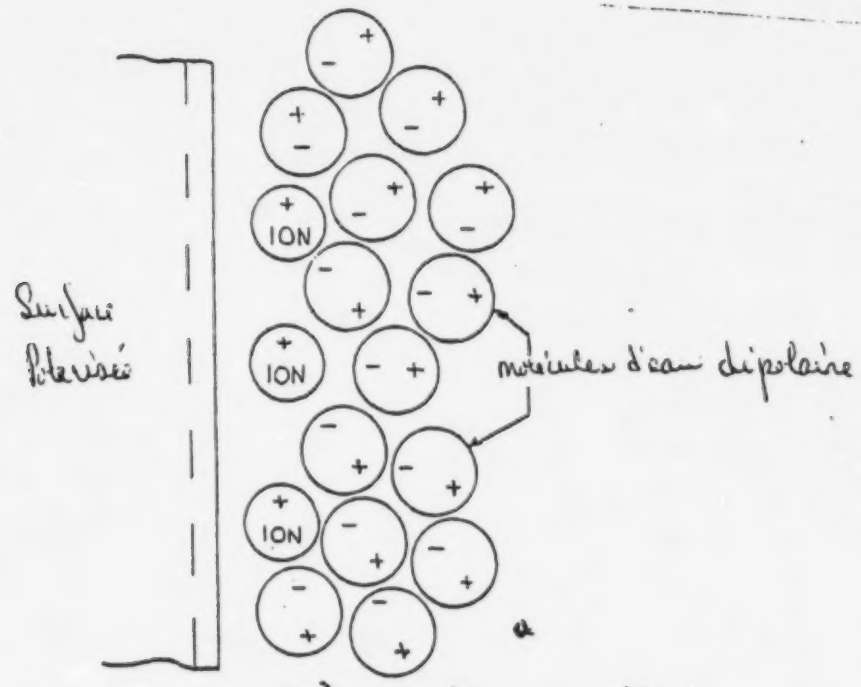
On sait cependant que sa pression de vapeur est plus faible que celle de l'eau normale (mais plus élevée que celle de la glace) et qu'elle possède une certaine énergie de cristallisation qui se traduit par une résistance au cisaillement non négligeable, dû à sa grande viscosité[50].

La présence d'ions en solution peut également contribuer à ce phénomène. Comme il a été mentionné, l'eau a tendance à se structurer autour des ions. Ces ions à leur tour peuvent être attirés par les surfaces polarisées des minéraux. L'eau, pour conserver la concentration constante de la solution, aura tendance à suivre ces ions, et à se diffuser d'une façon osmotique (voir figure III-2.b). La concentration électrolytique a donc une influence sur l'épaisseur de l'eau adsorbée. La constante diélectrique (mesure de facilité avec laquelle les particules peuvent être polarisées et orientées) et la température influencent également, mais de façon contraire, l'épaisseur de la double couche.



(a)

Fig III-2 Mécanismes possibles d'adsorption



(b) attraction osmotique

Fig III-2 Mécanismes possibles d'adsorption

· Saturation:

La saturation, plus particulièrement la vitesse avec laquelle elle peut être atteinte et la facilité avec laquelle elle peut être maintenue, est un élément important à considérer lorsque l'on s'attarde à la susceptibilité au gel des agrégats. Il a été précédemment établi que la détérioration due aux effets du gel était proportionnelle à la teneur en eau. Il a également été constaté que la sévérité des dommages était affectée par le nombre de pores de très petites dimensions. Expérimentalement, il a de plus été observé que ces petits pores pouvaient soutirer de l'eau aux plus gros, et qu'ils demeuraient aussi saturés plus longtemps[21]; le degré de saturation global ne peut donc pas être un bon indice dans ces conditions, compte tenu de la distribution non uniforme de l'humidité à l'intérieur des matériaux.

Fagerlung a déclaré, dans une étude élaborée sur le sujet, qu'il existe un degré de saturation critique bien défini pour tous les matériaux poreux en regard de sa résistance au gel[45]. Le degré de saturation critique ne peut cependant exister comme caractéristique d'une famille entière de matériau, trop de facteurs étant à considérer, dont: la porosité, la distribution des pores selon leur dimension, la résistance en compression et en tension, la perméabilité, etc. Cependant,

pour une combinaison donnée de ces propriétés, il existe un degré de saturation critique qui est une constante du matériau. Les dommages dûs au gel n'ont lieu que pour un degré de saturation supérieur au degré de saturation critique, en un point local du matériau. La distribution exacte de l'humidité est donc nécessaire pour relier la saturation avec la durabilité des agrégats. Il n'existe par ailleurs aucune relation théorique entre l'absorption, qui est une propriété hydraulique du matériau, et le degré de saturation critique, non plus qu'avec sa durabilité.

Dans ce même article, Fagerlung a suggéré certaines méthodes pour déterminer le degré de saturation critique. Des mesures sur la variation du module d'élasticité utilisées en ce sens, semblent indiquer de façon indéniable l'existence d'un degré de saturation critique pour tous les types de matériaux (même pour des cas de matériaux hétérogènes).

Mathématiquement, il a de plus élaboré une approche qui relie cette saturation critique avec le coefficient d'expansion thermique, le coefficient de Poisson, le taux de formation de la glace, la ductilité et quelques autres propriétés du matériau.

Selon Fagerlung, qui voit dans cette méthode, une façon de formuler théoriquement et de façon précise, la durabilité des matériaux, les dommages dus au gel sont causés par des pressions hydrauliques (selon la théorie de Powers). Comme on le verra, cette hypothèse s'oppose à l'utilisation de ses théories, pour évaluer la gélivité des agrégats. Ses observations sur le degré de saturation n'en demeurent pas moins très significatives, puisque ce dernier est indéniablement relié à la durabilité[77].

- Mécanismes de détérioration:

Suite à des expériences sur la nature de la détérioration des matériaux rocheux par les effets du gel, Hudec (1978) a révélé qu'aucune corrélation n'unissait la perte au gel-dégel et le pourcentage d'eau gelée[50]. Reliant plutôt la durabilité avec l'aire de la surface interne des matériaux (qui est une mesure de la micro-structure), il a attribué l'altération du roc à l'adhérence des molécules d'eau à la surface des minéraux, soit l'adsorption[50]. Cela correspondait bien aux observations préalables de Verbeck et al.[29] qui avaient noté que l'eau située dans les pores de dimensions inférieures à 5 µm ne gelait pas normalement. Hudec en a donc conclu que d'autres conditions que les simples effets du gel étaient responsables de la détérioration du roc[51].

Après l'étude des propriétés de l'eau adsorbée, il a notamment constaté que cette eau était pratiquement ingelable sous la forme hexagonale généralement acceptée (le gel de l'eau adsorbée se fait autour de -90°C, tel que démontré expérimentalement[78].

Cependant, suite à des évidences expérimentales, particulièrement en observant la variation des vitesses séismiques sur des matériaux saturés à divers degrés, il a noté que cette eau adsorbée avait une rigidité propre que lui conférait sa structuration préférentielle.

Les mécanismes de destruction jusqu'alors basés sur les pressions hydrauliques dues à la formation de la glace, se devaient d'être révisés. Litvan (1978) a élaboré quelques scénarios susceptibles de se produire, pouvant conduire à divers types de détérioration pour les matériaux poreux. Dans son optique, la dégradation due au gel est reliée à la situation de déséquilibre causé par l'abaissement de la température; comme la quantité d'eau adsorbée est fonction de la température (puisque reliée à la pression de vapeur), une diminution de celle-ci créera un déséquilibre dans un pore saturé, puisque l'eau contenue dans l'espace partiellement confiné est plus abondante que celle qu'il est possible d'y

enfermer. Il faut donc éliminer cette eau pour retrouver les conditions d'équilibre inhérentes à ces nouvelles conditions thermiques.

Idéalement, ce surplus d'eau émigre simplement vers l'extérieur et gèle là où l'effet de confinement disparaît; si la température décroît subséquemment, la teneur en eau dans ces pores diminue proportionnellement et la quantité de glace sur les parois s'accroît. Ce mécanisme de transfert d'humidité n'engendre cependant pas de dommages sérieux aux matériaux.

En pratique, on croit plutôt à un transfert de masse par des états de déséquilibre successifs. Pour des conditions de faible perméabilité, de fort taux de décroissance thermique ou de haute viscosité de l'eau, ces transferts de masse se font à des taux qui ne respectent pas les conditions d'équilibre, ce qui engendre des dommages dont la sévérité est fonction de la teneur en eau.

Pour certains cas, où le transfert se fait adéquatement (d'une façon thermodynamiquement réversible), le gel de l'eau dans des fentes de dimensions supérieures à celles de micropores se produit normalement et peut causer des dommages.

Dans de tels cas, la glace formée est de type hexagonal, de forme tubulaire et se comporte de façon visco-plastique dû aux conditions de confinement créées. Les contraintes appliquées ne sont habituellement pas aussi sévères que généralement prévues, le confinement partiel permettant un certain soulagement des pressions par une déformation anisotrope des grains ainsi que par le fluage; celui-ci est d'ailleurs plus important à des températures près de 0°C (étant donné la grande ductilité de la glace).

Ce mécanisme standard de destruction est par ailleurs peu fréquent, et ne constitue pas, sans contesté, la majorité des cas[51, 57-E, 57-F]. Il est plus probable que d'autres modes de rupture soient mis en cause. Ainsi, lors de l'abaissement de la température, un gradient thermique peut se créer à l'intérieur du matériau (si la baisse est suffisamment rapide), qui induirait des contraintes pouvant produire une certaine détérioration. Les variations thermiques causent également des gradients d'humidité dûs aux cycles de mouillage-séchage successifs qui peuvent eux-mêmes engendrer des effets destructifs. Dans ces deux cas, les dommages sont plus importants si le taux de refroidissement augmente[57-E], ce qui corrobore les résultats expérimentaux de Blaine et al.[21].

C'est cependant au transfert de masse que les dommages les plus sérieux sont imputables. Dans beaucoup de conditions d'exposition naturelle, la quantité d'eau transférable lors du gel, dépasse celle de l'eau transférée, de par la faible vitesse de migration de l'eau (qui diminue avec la température) hors des pores. Il se crée ainsi un excès d'eau dans les micropores qui augmente jusqu'à un stade où, la viscosité étant si élevée, plus aucun mouvement se produit. Il se forme par la suite un solide non cristallin, que l'on peut associer à la glace amorphe. Les contractions thermiques du matériau induisent alors des pressions qui peuvent causer une sévère dégradation des agrégats.

C'est ainsi que, dans la majorité des cas, la durabilité peut être plus associée avec la contraction thermique des roches qu'avec l'expansion cristalline de la glace[57-F]. Cette contraction volumique, causée par les variations de température, est grandement affectée par les conditions d'humidité. Ainsi, un fort degré de saturation peut produire des contractions non uniformes des matériaux, pouvant conduire à des contraintes internes supplémentaires.

La susceptibilité des matériaux aux cycles alternatifs de mouillage-séchage est également importante puisque d'autres types de contraintes (généralement de fatigue), peuvent être induites[51]. A ce sujet,

Hudec[57-J] a déterminé que l'expansion par mouillage était fonction de la teneur en minéraux argileux et siliceux - ceux-là même qui adsorbent l'eau (d'autres types de minéraux peuvent également adsorber l'eau, mais restent à être déterminés.)

On croit également que l'expansion isotherme des matériaux, suite à des cycles de mouillage, serait plus importante lorsque la température se situe près du point de congélation. Cette hypothèse de Hudec[57-F] augmenterait l'apport de telles contraintes lors de cycles alternatifs de gel-dégel répétés.

- Résistance au gel:

La durabilité des agrégats dépend donc de la facilité avec laquelle ils résistent à un ou plusieurs des effets composés, décrits précédemment. Ainsi, des agrégats avec une très faible porosité sont généralement peu gélifs, leur teneur en eau étant ordinairement assez faible. On peut également considérer les agrégats avec une très forte porosité comme durables[29,57-E], puisque dans un tel cas, on peut supposer que la majorité des pores sont de dimension supérieure à celle des micropores, qui se saturent plus aisément. Dans ce cas, une perméabilité élevée, qui accompagne généralement une grande porosité, devrait permettre les transferts de masse sans induire de contraintes importantes, de même que faciliter l'expansion de la glace sans trop subir de dommages[51].

Les agrégats de faibles dimensions sont également moins susceptibles au gel. Bien qu'elles se saturent aussi aisément que les grosses particules, ces petites particules sont moins sujettes aux gradients thermiques, puisque le front de gel les pénètre plus rapidement; le drainage se fait également plus aisément, les pores étant moins profonds, ce qui accroît significativement la perméabilité[21,44].

Le secret d'un design durable demeure cependant le maintien d'une basse teneur en eau en évitant le plus possible une exposition à des conditions de saturation. Une protection contre un taux de gel trop rapide peut également s'avérer très bénéfique, en regard des considérations déjà mentionnées.

C - Le gel dans le béton:

En considération de la très grande utilisation du béton de ciment dans les constructions de génie civil, l'auteur a cru bon de s'attarder brièvement à la compréhension des mécanismes de dégradation dûs aux effets du gel dans ce matériau. Cela devrait permettre de mieux comprendre l'importance de la durabilité des agrégats sur la qualité globale du béton, et sur l'interaction qui existe entre ceux-ci et la matrice liante.

c'est à dire ?

Comme il est généralement admis, la qualité du gros agrégat n'est qu'un des facteurs qui influence la durabilité du béton[3,21,26,44,57-G et autres]. La qualité de la pâte (c'est-à-dire son rapport eau-ciment initial) et l'air occlus sont ordinairement considérés comme les critères fondamentaux pour concevoir un béton durable[29]. On évalue, par ailleurs, la durabilité de l'agrégat fin comme un caractère négligeable lorsque l'on s'attarde à la durabilité de la pâte [3,18], surtout pour les bétons à air entraîné[37,70].

La durabilité des agrégats à béton, ou plutôt la compréhension de cette durabilité, a évolué de pairé avec la compréhension générale décrite précédemment. Ainsi, l'absorption, le degré de saturation, le nombre de pores de dimension inférieure à 5 µm (ou 4 µm) et le taux de gel sont les facteurs qui tour à tour ont attiré l'attention des chercheurs, avec sensiblement les mêmes conclusions que pour les agrégats non confinés[18,21,24,40,61 et autres].

L'effet de confinement de la pâte a cependant soulevé quelques questions supplémentaires. Certains ont vu là la nécessité d'évaluer la durabilité des agrégats directement inclus dans le béton, afin de reproduire la plus exactement possible les conditions d'exposition de ceux-ci[6]. Cette approche peut être justifiée par l'utilisation de certains matériaux trop expansifs et/ou poreux, durables par eux-mêmes mais qui peuvent provoquer une certaine détérioration de la pâte, spécialement a proximité des surfaces exposées (type "pop-out")[34,43,57-F].

Le degré de saturation du mortier, qui peut à son tour influencer celui des agrégats, doit également être considéré; par ailleurs, la notion de taille critique est encore apparue comme une notion fondamentale[26,61], qui peut s'expliquer selon des principes de perméabilité déjà énoncés.

Les mécanismes exacts qui régissent la dégradation du béton n'ont été bien saisis qu'au cours de la dernière décennie, alors que les chercheurs se sont attardés aux sévices d'ordre microscopique. Les premières théories, telles qu'énoncées par Powers, étaient orientées sur la notion des pressions hydrauliques[70], dues, soit à l'expansion de l'eau en glace (Powers, 1945), soit au mouvement de migration de l'eau hors des régions de gel accompagné d'une résistance visqueuse s'opposant à l'écoulement (Powers, 1949), soit enfin à des contraintes produites par la ségrégation de la glace provoquée par la migration de l'eau vers les zones de gel (Collins 1944).

Certaines observations ont pourtant semé le doute quant à la validité de ces théories. Ainsi, on a noté que certains bétons sans air entraîné continuaient de se dilater, même après que la température eût été fixée. D'autres avaient plutôt tendance à se contracter immédiatement après le début du gel, avant de se dilater pour des températures plus basses[70,74]. Ces remarques sont incompatibles avec les idées fondamentales énoncées dans ces théories basées sur les pressions hydrauliques.

Ces formulations classiques se sont donc avéré erronées principalement à cause de la négligence de certains phénomènes reliées à l'adsorption de l'eau sur les parois des pores du mortier (et des agrégats).

Il est, en effet, maintenant reconnu qu'une grande quantité de l'eau occluse dans la pâte se trouve à l'état adsorbée[70]. Et sauf pour des conditions extrêmes, cette eau ne gèle pas (Wittmann[78] parle d'une température de gel qui atteindrait -90°C). Par ailleurs, l'eau située dans des cavités de plus grandes dimensions, donc gelable, est affectée par la dissolution des alkalis du ciment, de sorte que la formation de la glace s'en trouve également réduite, par l'abaissement général du point de congélation. Il a même été démontré expérimentalement que dû au surgel de l'eau, la quantité de glace présente est inférieure à celle découlant d'une nucléation normale de l'eau[70,77].

Suite à ces considérations fondamentales, il est devenu évident que les effets du gel dans la pâte devaient être imputés aux mouvements de l'eau non gelée.

Ce transfert de masse est provoqué par la recherche d'un équilibre thermodynamique entre la solution non gelée et la glace[70,77]. Ce transfert est également imputable au déséquilibre de concentration dans la solution, entre les cavités de diverses dimensions. Ce mouvement d'eau est donc un mouvement osmotique; la pression résultante se doit donc d'être considérée à ce titre.

L'ordre de grandeur des pressions d'un tel type (pressions osmotiques) est de nature à provoquer, tel qu'il a déjà été démontré, de sérieux dommages aux matériaux non protégés[70]. D'autres contraintes, attribuables aux contractions volumiques dues aux variations de température et aux cycles de mouillage-séchage, peuvent s'ajouter à cette pression et ainsi engendrer des efforts internes similaires à ceux décrits pour les agrégats.

Cette théorie des transferts de masse permet, entre autres, d'expliquer la contraction originale de la pâte sous le point de gel (suite aux observations de Powers [70]), par le transfert de l'eau non gelée des petites cavités vers la glace des cavités plus spacieuses, afin de maintenir les conditions de concentration nécessaire à l'équilibre thermodynamique. Cette brève contraction est suivie d'une expansion volumique qu'on attribue à l'eau non gelée à très basse température qui va s'infiltrer dans les cavités évidées.

L'expérience a démontré que la durabilité de la pâte était sensiblement augmentée par l'ajout d'air entraîné[41,57-E]. La fonction véritable des bulles d'air est de prévenir le développement des pressions osmotiques, qui ne peuvent se créer dans des cavités de si grandes dimensions[70,77]. Si le facteur d'espacement des bulles est suffisamment petit (de l'ordre de 0,15 mm), on peut protéger la pâte d'une façon appréciable contre les dommages dus au gel.

Dans ce cas, la durabilité des agrégats devient le facteur essentiel à la qualité du béton. Une simple évaluation de la durabilité de ces agrégats peut cependant s'avérer insuffisante. Dû à la pauvre perméabilité de la pâte à béton et à la faible surface effective de transfert de l'eau (interface pores agrégats-pores béton), certains agrégats durables peuvent détériorer le béton à air entraîné, pour une saturation élevée. Ces effets destructifs des agrégats augmentent avec leur taille, considérant que le volume d'eau à évacuer croît proportionnellement.

Du reste, les mécanismes de dégradation des agrégats confinés dans le béton sont essentiellement les mêmes que ceux décrits dans la section précédente. Il est donc important d'incorporer au béton des agrégats de bonne qualité, même si ceux-ci ne constituent pas un gage de durabilité pour ce béton[70].

Comme on est à même de le constater, le constituant problème dans le béton est le gros agrégats, saturé critiquement. Des essais de durabilité sur l'agrégat seuls ne constituent pas une mesure absolue de sécurité. Seule la limitation du degré de saturation par la protection du béton contre une présence prolongée de l'eau, peut se révéler la clef d'une protection adéquate. Il n'en demeure pas moins que l'usage de bons agrégats est un atout non négligeable, pour des conditions normales d'exposition.

***

IV - SIGNIFICATION DE L'ESSAI AU SULFATE

A - Les effets mesurés:

Il apparaît évident, suite aux données énoncées dans les chapitres précédents, que d'autres forces sont impliquées lors des essais au sulfate, que celles provoquées par la simple croissance des cristaux de sel. Les mécanismes de destruction, tels qu'ils étaient généralement idéalisées, n'ont pu réussir à expliquer les pertes subies lors des deux premiers cycles, de même que les pertes accrues par un séchage prolongé au-delà de la période de cristallisation[52]. D'autres phénomènes se devaient donc d'être impliqués lors d'un tel processus.

Dans le but d'évaluer l'apport des cycles alternatifs de mouillage et de séchage, on a effectué certains essais selon les manipulations standards, en substituant de l'eau distillée à la solution au sulfate. Les dégâts non négligeables produits par un tel essai n'ont fait que confirmer les hypothèses des chercheurs de l'époque, sans toutefois leur permettre d'expliquer clairement les raisons fondamentales de cette altération[7,34]. Il apparaît maintenant qu'une telle détérioration est due conjointement aux effets thermiques[52], (gradients internes et variation volumique du roc) combinés avec le transfert de masse de l'eau adsorbée[51].

Les cycles de mouillage-séchage peuvent également conduire, comme on l'a déjà noté, à la création d'un gradient d'humidité, dû à la distribution non uniforme de

l'eau dans le matériau, qui à son tour peut engendrer des contraintes internes[48]. Ce type de processus, qui conduit à une variation volumique du matériau, apparaît cependant moins sévère dans un essai au sulfate que dans un cycle de gel normal, puisqu'il a été estimé que l'expansion était plus importante à des températures près du 0°C[57-F].

On a par ailleurs établi que les pertes au $MgSO_4$ augmentent avec la quantité d'eau adsorbée, surtout dans le cas des matériaux de mauvaise qualité[48,57-J]. L'adsorption joue donc encore là un rôle important; la présence de sel en solution va accroître, pour des raisons déjà énoncées, la densité et l'épaisseur de la couche adsorbée[48], dans des proportions, encore à ce jour, malheureusement indéterminées. La température relativement élevée retrouvée tout au long de l'essai va également contribuer à cet accroissement; on note en ce sens que l'eau adsorbée est plus structurée à une température variant entre 20°C et 30°C[51], soit la température d'immersion. Ce sont donc là des effets inhérents à l'essai qu'il est essentiel d'inclure dans les modes de destruction.

On a également mesuré, pour les conditions reliées à l'essai, la possibilité de dissolution de certains éléments - principalement des carbonates et des silicates - dans la solution de $MgSO_4$[8,10]. Cette hypothèse s'est cependant avérée peu fondée, la contribution

de telles réactions sur l'altération globale des agrégats étant infime pour les conditions de l'essai[11,76]. Il est toutefois indéniable que de telles réactions existent sur plusieurs types de matériaux et que la solution, à long terme, peut en être affectée[8,57-H].

On a également soulevé sans trop de suite, il faut l'avouer, la possibilité d'altération chimique de la surface dû à l'hydrolyse provoquée par la grande concentration d'ions H à l'interface[50]. Cette hypothèse reste cependant à être vérifiée de façon plus exhaustive avant de l'inclure inconditionnellement dans la gamme des effets parasites reliés à l'essai. Il faut également ajouter à tous ces phénomènes le simple mécanisme de la croissance cristalline, qui cause lui-même une certaine part de la détérioration.

A la lumière des nombreux effets impliqués dans cet essai, il n'est pas surprenant que sa reproductibilité en soit sérieusement affectée. Il est même possible que certains aspects fondamentaux ne soient pas encore entièrement compris[52]. La combinaison d'un si grand nombre de facteurs de dégradation, allié à des manipulations déjà laborieuses, sont de nature à biaiser sensiblement les résultats d'un tel essai.

B - Similitude avec les effets du gel:

L'analogie première qui a conduit à l'utilisation d'une solution de sulfate de magnésium pour simuler les effets

d'expansion de l'eau en glace apparaît maintenant très loin des conditions régissant ces deux mécanismes destructifs. A plusieurs reprises dans le passé, certains auteurs ont mis en doute les fondements théoriques voulant que l'essai au $MgSO_4$ simulait les effets du gel[34]. Quelques auteurs, qui ont pour leur part, voulu utiliser le sulfate de sodium pour évaluer la gélivité des agrégats, se sont vus dans l'obligation de condamner une telle pratique, lorsque confrontés à des résultats expérimentaux contradictoires. Cette conclusion devenait inévitable, suite aux observations précitées[1,2 et autres], et à quelques autres considérations soumises précédemment ainsi qu'à d'autres phénomènes possibles, tel la nature polaire multiple de la solution, qu'il n'apparaît pas utile d'approfondir.

Mais le sulfate de magnésium demeure en ce qui nous concerne, un critère de sélection ancré dans nombre de devis de construction de génie civil. Après avoir étudié de façon plus approfondie les processus de dégradation propres aux effets du gel et à l'essai au $MgSO_4$, il apparaît que, bien que certaines dissociations soient évidentes, plusieurs effets sont indéniablement communs à ces deux modes de destruction. Les cycles de mouillage-séchage, les variations thermiques, la double couche d'eau adsorbée sont tous des facteurs que l'on retrouve, à divers degrés, dans ces deux mécanismes. Ces facteurs sont bien sûr affectés par les conditions de température et de salinité différentes qui influent sur l'ampleur de chaque mécanisme de façons diverses.

Mais des effets compensatoires semblent alléger quelque peu ces dissemblances (tels: plus grande rigidité de l'eau adsorbée dans l'essai au $MgSO_4$, vs, effets des cycles de mouillage-séchage amplifiés lors des cycles de gel.

Des similitudes se traduisent d'ailleurs par une corrétion évidente, mais non restrictive, entre les essais au $MgSO_4$ et les effets du gel sur les agrégats non confinés (50,53). Des divergences sont cependant prévisibles en regard de certains aspects non conformes entre ces deux processus distincts de dégradation. Il apparaît donc à l'auteur, en regard des considérations déjà énoncées, que cet essai peut s'avérer un bon indice de la durabilité des agrégats, puisque, comme cette dernière, il est directement tributaire des propriétés sorptives, et principalement d'adsorption, des matériaux. Des effets secondaires, inhérents à ces deux modes ne permettront cependant pas de resserrer cette relation au-delà de tout différend.

En ce qui a trait à la durabilité du béton, il a déjà été établi qu'un gros agrégat durable n'assurait pas cette qualité au béton. Les effets de confinement de la pâte peuvent en effet modifier le comportement du granulat, face aux intempéries. Comme il a été souligné par divers auteurs à maintes reprises dans le passé, il peut s'avérer préférable de tester ces agrégats lorsque introduits dans le béton, afin de s'assurer de meilleurs critères de sélection. Il demeure néanmoins

que l'essai de durabilité au $MgSO_4$ indique de façon assez économique les agrégats les plus susceptibles de se détériorer lorsque utilisés dans le béton. D'autres mesures, telles des mesures d'adsorption, peuvent cependant s'avérer tout aussi concluantes.

Il apparaît, d'autre part, futile de s'attarder à la mesure de la durabilité des agrégats fins (inférieurs au Y4"), destinés à une utilisation dans le béton à air entraîné[18,37,70]. De simples mesures d'absorption, combinées avec une analyse minéralogique, se sont avérées suffisamment concluantes pour servir de guide quant au choix à effectuer[27].

***

V - LES SELS DE DEVERGLAÇAGE

Même s'il n'entre pas directement dans le mandat de ce projet d'étudier les implications de l'utilisation des sels de déverglaçage afin d'améliorer l'adhérence des chaussées en présence de couches de givre ou de neige, il apparaît à l'auteur qu'un bref aperçu des effets de tels produits sur la durabilité des agrégats et du béton peut s'avérer révélateur pour les organismes concernés.

A - Effets sur les agrégats:

Il est de vaste notoriété que la dissolution de sels dans l'eau a pour effet d'abaisser dans une proportion variant avec sa concentration, le point de congélation. On aurait donc pu supposer, se basant sur certaines croyances populaires, qu'une telle utilisation aurait atténuer les effets destructeurs du gel sur les agrégats. L'expérience a toutefois démontré l'inexactitude de ces suppositions (57-J, 74 et autres). Il s'est en effet avéré que l'utilisation des sels de déverglaçage augmentait généralement la susceptibilité du roc aux effets de cycles de gel-dégel successifs (48,57-E).

L'explication d'un tel phénomène est encore une fois subordonnée aux propriétés sorptives des matériaux. Des recherches effectuées en ce sens ont montré que le sel en solution augmentait l'adsorption des agrégats de façon très appréciable et que, de ce fait, le degré de saturation se trouvait accru (57-J,58). Cela est imputable

à l'interaction solution saline - surface polarisée. Dans un tel cas, comme il a déjà été démontré, les propriétés de la double couche sont affectées par la concentration de l'électrolyte(62).

Les sels utilisés pour de telles fins possédant généralement de fortes propriétés diélectriques (soit NaCl et $CaCl_2$) la densité et l'épaisseur de la couche adsorbée sont alors accrues de façon appréciable.

Lors du gel, des pressions osmotiques sont créés(48), par les déséquilibres thermodynamiques solution-glace et solution de concentration variable, tels qu'ils ont été décrits pour expliquer l'origine de certaines contraintes dans la pâte à béton (voir section III-C). Ces pressions osmotiques ajoutent aux contraintes déjà présentes, qui sont imputables aux effets de température et aux gradients d'humidité.

Il est également intéressant de souligner que les effets du sel ne sont pas temporaires. Il apparaît en effet que l'agrégat exposé à la saturation par une solution saline, conserve toujours à l'intérieur de ses pores une certaine quantité de cristaux de sel. La présence de ces cristaux va augmenter en permanence l'adsorption des agrégats (et son absorption), de sorte que les effets thermiques et de mouillage, qui sont reliés à la présence de l'eau, se feront plus dommageables tout au long de l'année. Pour prouver cet énoncé,

Rigbey et al. ont expérimentalement observé qu'un traitement au sel augmenterait l'adsorption dans une proportion atteignant près de 500% pour une humidité ambiante élevée. Les dommages maximums sont par ailleurs retrouvés pour ces concentrations variant de 2 à 5%(57-E,58), qui peuvent être des conditions naturelles que l'on peut anticiper en pratique.

Il est par ailleurs possible que les effets déjà nocifs du sel en solution soient amplifiés par certaines réactions chimiques entre divers matériaux (tels calcaires, basaltes et marbres) et la solution pour ces sels corrosifs(57-H).

B - Effets dans le béton:

Le problème posé par l'utilisation des sels de déverglaçage semble encore plus aigu pour les bétons, vu leur exposition plus intensives à ces traitements, combiné à une action plus directe des intempéries. Comme on était en droit de s'attendre, suite aux principes énoncés à la section précédente, la présence de sels dans l'eau attenante au béton a un effet nocif prononcé sur la durabilité de celui-ci. Outre des effets similaires à ceux affectant les agrégats, des dommages peuvent être attribuables à l'attaque corrosive de la pâte (et même de l'armature dans certains cas) par la solution saline.

Il a été noté que certaines surfaces exposées s'écaillaient plus particulièrement lorsque soumises à l'action de tels produits. Il est normal que les surfaces les plus exposées soient les plus affectées. Il apparaît d'ailleurs que près des surfaces exposées, la concentration de la solution est plus élevée, due à une certaine évaporation[57-H]. Dans de tels cas, certains agrégats généralement durable, peuvent s'avérer inadéquat, dû aux effets accrus de la double couche. La présence de précipités dans les pores vont prolonger ces effets jusqu'à les rendre permanents et accroître les effets des fréquents cycles de mouillage-séchage tout au long de l'année.

Dans le béton, la présence d'air entraîné peut, s'il est bien dosé, protéger la pâte adéquatement contre la majorité des attaques et contraintes induites mais elle n'assure pas la durabilité aux agrégats confinés [70]. C'est donc la saturation des agrégats qui cause cette situation précaire. Une protection contre toute exposition s'avérant à toute fin pratique impossible, l'utilisation d'agrégats d'excellente qualité, préférentiellement de petite taille, peut se révéler une mesure assez efficace de protection. D'autres méthodes pour traiter des agrégats gélifs, afin de leur assurer une meilleure durabilité ont été étudiées.

Ainsi, la saturation préalable de ceux-ci par un liquide antigel non polaire (sans eau) (du type éthylèneglycol) peut constituer une protection efficace[79].

Il n'est cependant pas assuré que de tels traitements sont de nature à assurer une protection de longue durée aux agrégats exposés. Des études en ce sens devraient s'avérer intéressantes et profitables aux divers organismes affectés par un tel problème.

Il apparaît évident, du point de vue d'un design durable, que l'utilisation de sels de déverglaçage est une pratique à éviter si une protection accrue n'est pas assurée aux matériaux exposés. Ces dommages, combinés aux effets négatifs de ces produits sur l'environnement végétal et animal, sont de nature à justifier des recherches extensives sur le sujet afin de remplacer ces produits ou d'atténuer leurs effets secondaires nocifs.

***

REFERENCES

(1) Woolf, D.O., "Relation between sodium sulfate soundness tests and absorption of sedimentary rock", Public roads, (U.S.D.A.), Vol. 8, no. 10 (1927), p.225

(2) Jackson, F.H., "Relation between durability of concrete and durability of aggregates - and discussion", Highway Research Board, Proceedings, Vol. 10, (1930) p. 101

(3) McCown V., "The significance of sodium sulfate and freezing and thawing tests of mineral aggregates", H.R.B. Proceedings, Vol. 11, (1931) p. 312

(4) Lang F.C., & Hugues C.A., "Accelerated freezing and thawing as a quality test for concrete aggregates - and discussions", A.S.T.M. Proceedings, Vol. 31, part II, (1931), p. 435

(5) Ira Paul, "Magnesium sulfate accelerated soundness test on concrete aggregates", H.R.B. Proceedings, Vol. 12, (1932), p. 319

(6) Scholer, C.H. & Stoddard A.E., "Proposed method of testing concrete and concrete aggregates by freezing and thawing", A.S.T.M. Proceedings, Vol. 32, Part I, (1932), p. 364

(7) Garrity Leo V., & Kriege, Herbert F., "Studies of the accelerated soundness tests - and discussions", H.R.B. Proceedings, Vol. 15, (1935), p. 237

(8) Walker S. & Proudley, C.E., "Studies of sodium and magnesium sulfate soundness tests - and discussion", A.S.T.M. Proceedings, Part I, (1936), p. 327

(9) Nissan, A.H., "The application of physico-chemical principles to the investigation of the properties of rocks - Porosity - Origin, significance and measurement", Journal of the Institution of Petroleum Technologists, Vol. 24, Parts I & II, (1938), p. 351

(10) Wuerpel, Charles E, "Factors affecting the testing of concrete aggregate durability - and discussion", A.S.T.M. Proceedings, Vol. 38, Part I, (1938), p. 327

(11) Wuerpel Charles E, "Modified procedure for testing concrete aggregate soundness by use of magnesium sulfate - and discussion", A.S.T.M. Proceedings, Vo. 39, (1939), p. 882

(12) Wray F.N. & Lichtefeld H.J., "The influence of test methods on moisture absorption and resistance of coarse aggregate to freezing and thawing", A.S.T.M. Proceedings, Vol. 40, (1940), p. 1007

(13) Gibson W.E., "Evaluating the significance of the soundness test of aggregate", H.R.B. Proceedings, Vol. 21, (1941), p. 283

(14) Mather, Katharine, "Relation of absorption & sulfate test results of concrete sands", A.S.T.M. Bulletin no. 144, (January 1947), p. 26

(15) Bloem D.L., "Effect of drying time on results of magnesium sulfate soundness tests", Bulletin no. 152, A.S.T.M., (May 1948), p. 76

(16) Shull C.G., "The determination of pore size distribution from gas adsorption data", Journal of Am. Chemical Soc., Vol. 70, (1948), p. 1405

(17) Foster A.G., "Pore size and pore distribution", Faraday Society, No. 3 (1948),p. 41

(18) Sweet H.S., "Research on concrete durability as affected by coarse aggregate", A.S.T.M. Proceedings, Vol. 48, (1948), p. 988

(19) Sweet H.S., "Physical and chemical tests of mineral aggregates and their significance", A.S.T.M. STP, No. 83, (1948), p. 49

(20) Drake L.C., "Pore-size distribution in porous materials - Application of high pressure mercury porosimeter to cracking catalysts", Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 41, (1949), p. 780

(21) Blaine R.L., Hunt, C.M. & Tomes L.A., "The sorption characteristics of concrete aggregates - Use of internal-surface-area measurements in research on freezing and thawing of materials", H.R.B. Proceedings, Vol. 32, (1953), p. 298

(22) Woolf, D.O., "Improvement in the uniformity of the accelerated soundness test of coarse aggregate", A.S.T.M. Bulletin no. 187, (1953) p. 42

(23) Lewis D.W., Dolch W.L. & Woods K.B., "Porosity determinations and the significance of pore characteristics of aggregates - and discussion", A.S.T.M. Proceedings, Vol. 52, (1953), p. 949

(24) Powers, T.C., "Basic considerations of freezing-and-thawing tests", A.S.T.M. Proceedings, Vol. 55, (1955), p. 1138

(25) Woolf D.O., "An improved sulfate soundness test for aggregates", A.S.T.M. Bulletin, no. 213, (1956), p. 77

(26) Powers T.C., "Resistance to weathering - freezing and thawing", A.S.T.M. S.T.P. No. 169, (1956), p. 182

(27) Adams A. & Pratt H.A., "A comparison of absorption and soundness tests on Maine sands", A.S.T.M. Proceedings, Vol. 45, p. 771

(28) Brink, R.H., "Rapid freezing and thawing test for aggregate", H.R.B. Bulletin, no. 201 (1958), p. 15

(29) Verbeck, G. & Landgren R., "Influence of physical characteristics of aggregates on frost resistance of concrete", A.S.T.M. Vol. 60, (1960), p. 1063

(30) Tremper B. & Spellman, D.L., "Tests for freeze-thaw durability of concrete aggregates - plus appendix", Highway Research Board, Bulletin 305, (1961), p. 28

(31) Journal of the American Concrete Institute, "Sulfate soundness test", Vol. 58, (Nov. 1961), p. 322

(32) Vollick C.A. & Skillman E.I., "Correlation of sodium sulfate soundness of coarse aggregate with durability and compressive strength of air-entrained concrete" H.R.B. Bulletin 305 (1961), p. 1

(33) Journal of the American Concrete Institute, Dec. 1962, "Aggregates", Vol. 59, p. 1780

(34) Bloem D.L., "Significance of tests and properties of concrete and concrete-marking materials-Soundness and Deleterious Substances", A.S.T.M. STP 169-A, (1966), p. 497

(35) Mielenz R.C., "Petrographic examination", A.S.T.M. STP 169-A, (1966), p. 381

(36) Brutsaert, W., "Probability laws for pore-size distributions", Soil Science, Vol. 101, (1966), -#2, p. 85

(37) "Freezing of Water in rocks", Durability of Concrete Construction, ACI Monograph #4, (1968), p. 21

(38) "Concrete aggregates", Freezing & Thawing of Concrete - Mechanisms & Control, ACI (1968), p. 72

(39) Papadakis M., Venuat M., "Essais de gélivité", Manuel du Laboratoire d'Essais des ciments, mortiers, bétons, Edition Eyrolles (1969), p. 239

(40) Walker R.D., Pence H.J., Hazlett W.H., Ong W.J., "One-cycle slow-freeze test for evaluating aggregate performance in frozen concrete", National Cooperative Highway Research Program Report #65, (1969), p. 21

(41) Harman J.W. Jr., Cady P.D., & Bolling N.B., "Slow-cooling tests for frost susceptibility of Pennsylvania aggregates", Highway Res. Rec. #328, (1970), p. 26

(42) Lin S.M., "Porosity and pore-size distribution of soil aggregates", Water Resources Research Center, (March 1971), bulletin #29

(43) Leipzig, H.L. & Prag, S.M., "Einflub der porositat von kalksteinzuschlagstoffen auf die frostbestandigkeit des bestons", Beton, Heft 1, (Jan. 1971), p. 16

(44) Iyer, L.S., Rahn P.H., Ramakrishnam V. & Russell J.E., "Durability tests on some aggregates for concrete", A.S.C.E., Journal of the Construction Division, Vol. 101, no.3, (Sept. 75), p. 593

(45) Fagerlund G., "The significance of critical degrees of saturation at freezing of porous and brittle materials", American Concrete Institute - Durability of Concrete-, SP 47-2 (Detroit) (1975) p. 13

(46) Dallaire, G., "Essais de durabilité $MgSO_4$ et Na_2SO_4 (ASTM C-88) sur les agrégats de carrières de calcaire", Laboratoire Central - Ministère des Transports du Québec, (1976)

(47) Samarai M.A., "The disintegration of concrete containing sulfate-contaminated aggregates", Magazine of Concrete Research, Vol. 28, #96 (Sept. 1976), p. 130

(48) Rigbey, S.G. & Hudec P.P., "The effect of sodium chloride on water sorption characteristics of roch aggregate", Bulletin of the Association of Engineering Geologists, Vol. XIII, #3, (Summer 1976), p. 199

(49) Hudec Peter P., "Response of adsorbed water on internal rock surfaces to microwave radiation as a measure of rock's durability", Geological Society of America, Joint annual meeting (1978), Geol. Ass. Canada, p. 425

(50) Hudec Peter P., "Rock weathering on the molecular level" Geological Society of America, Engineering Geology Case Histories, number II, (1978), p. 49

(51) Hudec P.P., "Standard engineering tests for aggregate: What do they actually measure?", The Geological Society of America, Eng. Geol. Case Histories no. 11, (1978), p.3

(52) Dolar-Mantuani, L., "Soundness and deleterious substances", Significance of tests and properties of concrete and concrete-marking materials, STP 169B, A.S.T.M. (1978), p.744

(53) Aubertin M. & Cardin L., "L'essai de durabilité des agrégats", Rapport non publié, Université de Sherbrooke (1979)

(54) Johansson L., "Test methods and quality criteria for concrete", Testmetoder och kvalitetskriterier for ballast fill betong, BLL 3095.6000 Confederation British Ind. Rapporter (1976), Vol. 4 Part 4, p. 1

(55) Bonzel V.J. & Dahms J., "Zur Prüfung des frostwiderstandes von betonzuschlag (Testing of the frost resistance of concrete aggregates), Betontechnische Berichte, Forschungsinstitut Der Zementindustrie Aüsseldorf, Vol. 26, no. 5, (1976) p. 172

(56) Bonzel V.J. & Dahms J., "Zur prüfung des frostwiderstandes von betonzuschlag (Testing ot the frost resistance of concrete aggregates)", Betontechnische Berichte, Forschungsinstitut Der Zementindustrie Aüsseldorf, Vol. 26, no. 6, (1976) p. 206

(57) Sereda P.J. & Litvan G.G., "Durability of building materials and components", ASTM Special Technical Publication 691, Symposium (1978)

a) Frohnsdorff G. & Masters L.W., "The meaning of durability and durability prediction", p. 17

b) Keyser, J.H., "Durability of materials and construction", p. 38

c) Nireki T., "Examination of durability test methods for building materials based on performance evaluation", p. 119

d) Everett L.H., & Gutt W.H., "Durability of some common building materials", p. 131

e) Litvan G.G., "Freeze-thaw durability of porous building materials" p. 455

f) Hudec P.P., "Durability of carbonate rocks as function of their thermal expansion, water sorption, and mineralogy", p. 497

g) Rigan J., "Application of one-cycle freeze tests for the evaluation of frost resistance of concrete", p. 520

h) Gillott J.E., "Effect of microstructure and composition of limestone, marble, basalt, and quartzite aggregate on concrete durability in presence of solutions of calcium chloride and magnesium sulfate", p. 605

i) Cole W.F., "Influence of basalt aggregate on concrete durability", p. 617

j) Hudec P,P., "Effect of deicing salts on deterioration and dimensional changes of carbonate rocks", p. 629

(58) Litvan G.G., "Phase transitions of adsorbates: VI Effect of deicing agents on the freezing of cement paste". Journal of the American Ceramic Society, Vol. 58, No 1 (1955) p. 26

(59) Knight B.H., Roads aggregates, their use and testing Ed. Dr. Perry Edwin Spielman (London)

(60) Lane-Fenton C. & Fenton M.A., The Rock Book Ed. Double Day & Cie

(61) Dosage et contrôle des mélanges de béton, Portland Cement Association (1978)

(62) Mitchell J.K., Fundamantals of soil behavior, Ed. John Wiley & Sons Inc. (1976)

(63) Gold L.W., "Ice pressures and bearing capacity", Geotechnical Engineering for Cold Region by Andersland O.B. & Anderson D.M., Ed. McGraw-Hill Book Cie (1978)

(64) Michel B. - Ice Mechanics, Les Presses de L'Université Laval, (1978)

(65) Hobbs P.V., Ice Physics, Clarendon Press - Ocford, (1979)

(66) Trépanier Gérard, Université du Québec, communication personnelle, le 28 mai 1981

(67) Handbook of Chemistry & Physics, C.R.C. Press, Ed. Robert C. Weast, (1975)

(68) Roberson J.A. & Clayton T.C., Engineering fluid mechanics, Houghton Mifflin Cie (1975)

(69) Malhotra V.M., Testing Hardened Concrete: Nondestructive Methods; The Iowa State University Press, A.C.I. Monograph no. 9 (1976), p. 61

(70) Powers T.C. "Freezing effects in Concrete", tiré de Durability of Concrete, A.C.I. Publication SP-47, (1975), p. 1

(71) Sherman G.B., Hamilton R.D. & Smith R.E., "Factors influencing the durability of aggregates" Interim Report No. 633476, California Div. High., Materials & Research Lab. (1971)

(72) Dallaire G. "Remplacement des essais nombre pétrographique et $MgSO_4$ par l'essai Deval Humide", Laboratoire central - ministère des Transports du Québec (avril 1980)

(73) Lelièvre A., Division des sols et agrégats, Laboratoire central - ministère des Transports du Québec, communication personnelle, le 10 juin 1981.

(74) Lin C.H., Walker R.D. et Payne W.W., "Chert-aggregate concrete durability after antifreeze treatment", Living with Marginal Aggregates, ASTM STP 597, (1976), p. 76

(75) Construction des chaussées - matériaux et essais (AK-68-23) Direction générale des services des aéroports et de la construction. Direction des installations aéroportuaires. Direction des structures de surface. Gouvernement du Canada - (fév. '81)

(76) "Etude sur la possibilité d'une réaction chimique entre agrégats et solution saturée de sulfate de magnésium", Coup d'Oeil, Vol. 2, No 5, ministère des Transports du Québec, (1978)

(77) Litvan, G.G. "Frost action in cement paste", Matériaux et construction, Vol. 6, No 34, (1973) p. 293

(78) Wittmann F.H. "Interaction of Hardened cement paste and water", Journal of the American Ceramic society Vol. 56, No 8 (1973), p. 409